



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

---

FACULTAD DE QUÍMICA

## Detección de Metales Pesados en Chiles

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**QUÍMICA DE ALIMENTOS**

P R E S E N T A :

Paula Cristina Arroyo Martínez

Asesora:

Dra. Liliana Virginia Raquel Saldívar y Osorio





Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado:

Presidente	Prof. <b>Liliana Virginia Raquel Saldívar y Osorio</b>
Vocal	Prof. <b>María Elena Castilla Madrigal</b>
Secretario	Prof. <b>Lucía Cornejo Barrera</b>
1er. Suplente	Prof. <b>Leticia Gil Vieyra</b>
2º. Suplente	Prof. <b>Erika María Ramírez Maya</b>

Sitio en donde se desarrolló el tema: Laboratorio 103 de Espectroscopía de Absorción Atómica, División de Estudios de Posgrado, Facultad de Química, UNAM.

Asesora:



Dra. Liliana Virginia Raquel Saldívar y Osorio

Supervisora Técnica:



QFB. María Guadalupe Espejel Maya

Sustentante:



Paula Cristina Arroyo Martínez

*A mi querida Paulita...*

Con mucho cariño para todos mis amigos y mis familiares, gracias a Dios por permitirnos caminar juntos.

Con especial cariño para Luz Ma., Javier y Sebas.

Para Gaby, los tíos y en recuerdo de mi abuelito Max.

Con mucho amor para Jorge.

Con mucha alegría para Sindy y Poncho.

Con afecto para Lupita y todas las mujeres trabajadoras del laboratorio 103.

Con entusiasmo y buena vibra para todos mis compañeros, profesores y amigos de la carrera, la prepa y de toda la UNAM, en donde he pasado los mejores momentos de mi vida.

# Detección de Metales Pesados en Chile

## ÍNDICE

1.	Introducción.....	1
2.	Objetivos.....	3
3.	Hipótesis.....	4
4.	Generalidades.....	5
4.1	Plomo.....	8
4.2	Níquel.....	10
4.3	Hierro.....	11
4.4	Zinc.....	11
4.5	Cobre.....	11
4.6	Potasio.....	12
4.7	Calcio.....	12
4.8	Espectroscopia de Absorción Atómica.....	13
4.9	Metodología analítica.....	13
4.10	Material de Referencia Certificado.....	15
4.11	Normatividad en Control de Calidad en Chiles Secos.....	16
5.	Metodología.....	17
5.1	Material y reactivos.....	17
5.2	Desarrollo de la metodología.....	18
5.3	Elementos determinados mediante Espectroscopia de Absorción Atómica con Flama.....	22
5.3.1	Determinación de Hierro.....	23
5.3.2	Determinación de Zinc.....	24
5.3.3	Determinación de Cobre.....	25
5.3.4	Determinación de Potasio.....	26
5.3.5	Determinación de Calcio.....	27
5.4	Elementos determinados mediante Espectroscopia de Absorción Atómica con Horno de Grafito.....	28
5.4.1	Determinación de Plomo.....	30
5.4.2	Determinación de Níquel.....	32
5.5	Evaluación de la metodología.....	34
5.5.1	Determinación de parámetros.....	35
5.5.2	Porcentajes de recuperación.....	35
5.6	Evaluación de la concentración de metales consumidos por la ingesta de chile en polvo.....	37
6.	Resultados y Discusión.....	38
6.1	Hierro.....	38
6.2	Zinc.....	41
6.3	Cobre.....	44
6.4	Potasio.....	47
6.5	Calcio.....	49

6.6	Plomo.....	52
6.7	Níquel.....	53
6.9	Material de Referencia.....	55
6.10	Porcentajes de recuperación en las muestras adicionadas.....	57
6.11	Comparación de todos los elementos presentes en los tres tipos de chiles.....	58
6.12	Dosis ingeridas por ración de chile en polvo.....	59
6.13	Discusión.....	61
7.	Conclusiones.....	63
8.	Recomendaciones.....	64
9.	Bibliografía.....	65

## 1. INTRODUCCIÓN

El chile; versátil e indispensable fruto de origen mexicano, símbolo de nuestra gastronomía y por tanto motivo de orgullo. Es utilizado cada vez más y con mayor frecuencia en todo el mundo.

México es el segundo productor de chile a nivel global y mantiene el primer lugar en consumo *per cápita*<sup>(1)</sup>.

Es un alimento rico en vitaminas A, C y vitaminas del complejo B. Industrialmente es ampliamente utilizado, desde alimento hasta en la extracción de la capsaicina usada en repelentes de plagas, pinturas, gases o sustancias para defensa personal, cosméticos<sup>(2)</sup>, estimulante y anticoagulante en el área de farmacia, entre otros. En la industria de alimentos es ingrediente en salsas, platillos típicos, dulces y moles. También funciona como colorante y condimento en embutidos y carnes frías<sup>(3)</sup>. Se calcula que existen más de 200 variedades consumidas a nivel mundial<sup>(3)</sup>.

Una de las variantes de su consumo, es como un producto seco y sometido a un proceso de molienda. Proceso que facilita su conservación y aplicación. De esta manera son consumidos diversos tipos de chile, destacando el chile de árbol, chile guajillo y el conocido chile piquín. Aprovechando la situación algunos comerciantes someten a molienda mezclas de restos secos de chile de desperdicio, adulteradas con harinas, colorantes (lacas) y restos de fibra de chile que ha sido previamente extraída y de los cuales no se conocen las condiciones de secado, almacenamiento y en ocasiones ni su procedencia. En consecuencia se obtiene un producto carente de calidad, altamente contaminado y de bajo costo, que es vendido bajo el nombre de un cierto chile molido,

sin serlo. Este producto es de consumo directo y un importante ingrediente en diversos alimentos, por lo que puede representar un riesgo para la salud.

Por otra parte, el chile posee metales indispensables, que si se conservaran presentes en el chile molido pudieran aportar algún beneficio dentro de su consumo. Particularmente en el caso del hierro, ya que dentro de los vegetales se considera que el chile fresco, por su alto contenido de ácido ascórbico facilita la absorción de este metal<sup>(4)</sup>.

En este estudio se identificaron y cuantificaron algunos metales importantes en chiles molidos, para lo cual fue necesario asegurar que la técnica analítica que se usó satisfaga los requisitos necesarios para su aplicación<sup>(5)</sup>. A este proceso mediante el cual queda establecido por estudios experimentales la capacidad del método se le conoce como validación de la técnica.

## 2. OBJETIVOS

- El objetivo principal de este estudio es identificar y cuantificar el contenido de algunos metales en los chiles molidos de mayor consumo en México.
- Desarrollar la metodología para la cuantificación de los elementos por Espectroscopia de

### Absorción Atómica. **Objetivos Particulares**

- Identificar y cuantificar Fe y Zn como metales que pudieran tener un aporte a la dieta o ser parte de la contaminación, de acuerdo a la concentración en la que se encuentren presentes. Identificar y cuantificar Pb y Ni como posibles contaminantes.
- Identificar y cuantificar K, Cu y Ca como elementos que pudieran dar un aporte en la dieta o en el caso del Cu ser considerado contaminante en el chile molido, de acuerdo a la concentración en que se encuentre presente.
- Obtener algunos parámetros de validación que sirvan como soporte para dar veracidad a la metodología desarrollada.
- Conocer y manejar la técnica de Espectroscopia de Absorción Atómica.
- Adquirir experiencia en el trabajo dentro de un laboratorio certificado en funcionamiento.



### **3. HIPÓTESIS**

- Debido a que el objetivo principal de estudio es detectar elementos tóxicos se considera que el producto está altamente contaminado y se estima que se encontrará la presencia de metales tóxicos como el Pb y Ni que no deberían estar presentes y han sido acumulados durante el proceso de producción del chile.
- Se espera encontrar una cantidad significativa de Zn y Fe que aporten una porción a la dieta diaria o estuvieran en cantidades que sobrepasen los niveles normales y pudieran ser considerados como contaminantes.
- También se espera encontrar Cu, K y Ca como componentes del producto.

#### 4. GENERALIDADES

Los usos y aplicaciones del chile continúan aumentando, su consumo se ha extendido desde tiempos prehispánicos y sigue en constante crecimiento. México es un país bien conocido por su rico arsenal culinario, ubicando su cocina en el tercer lugar de preferencia a nivel mundial, en donde el chile, en todas sus variantes desempeña un papel clave y fundamental, de ahí la importancia de su estudio.

La gran diversidad de aplicaciones del chile a la dieta mexicana es un factor que influye en los niveles de su consumo. El consumo *per cápita* en México es de 8 Kg<sup>(1)</sup> y más de 1 Kg como chile seco<sup>(3)</sup>, a nivel global este consumo se encuentra en 3.6 Kg<sup>(6)</sup> y sigue creciendo.

En México las 150 mil hectáreas sembradas con chile representan ingresos económicos por más de 7 mil millones de pesos, siendo los principales compradores Estados Unidos, Canadá y países de la Unión Europea <sup>(6)</sup>.

Dentro de sus variadas aplicaciones el chile se procesa, para ser consumido y utilizado como chile en polvo. Este producto que comienza su proceso después de la cosecha. Los chiles con poco atractivo para su consumo en fresco se separan y deshidratan. Una vez que se cuenta con los chiles deshidratados, se realiza otra selección. De la que se obtienen chiles rotos, dañados por insectos o por las condiciones ambientales, debido a que generalmente se secan bajo el sol o en túneles poco eficientes para el proceso de secado. Al mismo tiempo se van generando rezagos defectuosos de chile seco en las distribuidoras, durante el transporte e incluso cuando éste ha sido expuesto a la venta al consumidor. De igual manera llegan a México chiles secos de

importación de países como China, Japón, Perú y la India, que han recorrido grandes distancias bajo condiciones desconocidas y que muchas veces penetran el territorio nacional ilegalmente, de estos chiles también se obtienen restos. Además la industria genera fibra de chile cuando a éste se le extrae algún componente. Finalmente se tiene una mezcla de restos de chiles secos que se muele (si la humedad es adecuada y facilita la molienda, en ocasiones cuando está relativamente húmedo, se vuelve a secar), se distribuye y se vende a granel o se empaqueta para el consumo humano. A esta mezcla se le puede adicionar harina y colorantes (lacas) para crear mayor diversidad en los productos y un color atractivo. En algunos casos se conoce de qué tipo de chile provienen los restos y se agregan en mayor proporción, para venderse bajo cierto nombre de chile molido, aún tratándose de una mezcla.

En este producto existe un alto riesgo de contaminación, por el origen de la materia prima, el proceso de elaboración y vigilancia, dando lugar a un producto potencialmente peligroso debido a su origen, que además será consumido directamente, una vez listo. Es también ingrediente de dulces típicos, salsas secas y moles, pudiendo ser una fuente de contaminación para estos productos. De esta manera al no haber control de calidad se limita la comercialización de estos productos, un ejemplo de esta situación es el sonado caso en Estados Unidos de dulces de origen mexicano, que exceden el límite permitido de plomo<sup>(20)</sup>.

Los metales pesados figuran entre los posibles contaminantes del producto porque pueden ser acumulados en el chile desde que éste se está cultivando, ya sea por las condiciones ambientales del lugar, el agua de riego y el suelo en el que se encuentre, la forma de secado, la continua recolección de desperdicios, los procesos de extracción (en su caso) y el proceso de molienda en

conjunto con los demás ingredientes que se le adicionen, finalmente se suman las condiciones de almacenamiento, distribución y venta.

El estudio de chile en México, pese a su importancia dentro de la dieta como legado de la cultura prehispánica, contribución a la gastronomía mundial y herencia botánica, es muy escaso. En el mundo y en menor manera en México su estudio se enfoca a aspectos nutricionales, biomédicos, industriales, bioquímicos y su comercialización interna y en el exterior. Los investigadores se han orientado principalmente a sus propiedades como producto fresco; extracción de carotenos, *capsaicina* y su aplicación. En el caso de alimentos, al desarrollo de sabores, colores y algunos aportes nutrimentales como vitaminas.

En los últimos años se ha incrementado la importación de chile a México, haciendo peligrar la producción del chile mexicano, debido al conocido efecto *dumping*. Esta situación es claramente visible en los chiles secos, puesto que se conservan y son de fácil transportación. Ningún chile importado tiene el sabor de un buen chile mexicano, pero en apariencia puede ser más atractivo y sobre todo notablemente de menor precio. En el 2005 en México cubrimos sólo el 65 % de nuestras necesidades de chile, el 35 % provino de importación y en su mayoría de origen chino y de manera ilegal<sup>(7)</sup>. Situación que repercute en los productores, quienes pierden la cosecha por no poder competir con el precio del chile importado.

Durante una revisión que se realizó en la extensa base de datos a la cual la UNAM tiene acceso no se encontraron reportes de datos preliminares sobre estudios de metales pesados en chile seco entero o en polvo.

Se encontraron datos reportados de metales pesados en frutas frescas. Por ejemplo en un estudio realizado en manzanas y durazno se detectaron niveles de metales como plomo y arsénico por debajo de lo que representaría un riesgo a la salud. Un estudio sobre concentración de metales pesados en chile y frijol cita una concentración media para ambos de  $2 \text{ mg kg}^{-1}$  de plomo,  $1 \text{ mg kg}^{-1}$  de Cd y  $30 \text{ mg kg}^{-1}$  de Zn<sup>5(8)</sup>, que según el Codex alimentarius esta cantidad excede el límite permitido de Pb y Cd para fruta ( $0.1 \text{ mg kg}^{-1}$  de Pb) y hortalizas leguminosas ( $0.2 \text{ mg kg}^{-1}$  de Pb y  $0.05 \text{ mg kg}^{-1}$  de Cd)<sup>(9,10)</sup>.

La exposición a los metales a través de la contaminación del aire, los alimentos, el agua potable, las bebidas o el suelo es una amenaza para la salud y el desarrollo humanos. Aunque desde hace siglos se tiene conocimiento de algunos de los más graves peligros para la salud que conllevan ciertos metales como el mercurio, el plomo y el cadmio, existe un creciente acervo de pruebas que vinculan a éstos (y otros metales) a toda una serie de efectos nocivos para la salud, problemas de desarrollo y procesos de envejecimiento<sup>(11)</sup>.

En los últimos decenios, se ha reconocido que ciertos metales pueden inducir sutiles pero significativos efectos dañinos. Mediante las nuevas metodologías de estudio se han identificado efectos inmunológicos, nefrotóxicos, genotóxicos y de desarrollo neurológico, entre otros, que antes no se habían reconocido<sup>(11)</sup>.

#### **4.1. PLOMO**

El plomo es un metal tóxico al ser inhalado o ingerido, generalmente se encuentra en forma de sales. Los alimentos vegetales contienen mayor cantidad de plomo que los alimentos animales,

ya que las fuentes de contaminación por plomo en un alimento vegetal son mayores; desde el suelo de cultivo y agua de riego, hasta el aire y las condiciones de procesamiento.

Los efectos más conocidos en una intoxicación con plomo son la perturbación de la biosíntesis de la hemoglobina y el sistema nervioso, además de disminuir la presión sanguínea. Ocasiona dolor de cabeza, vértigo, migrañas, cefalea, psicosis e insomnio.

Al ser acumulado causa una disminución en las habilidades de aprendizaje y locomotoras. Debido al tamaño y al estado de oxidación del plomo éste puede tomar el lugar del calcio en el organismo, por lo que los infantes presentan mayor susceptibilidad pues al estar en crecimiento presentan una alta acumulación de calcio<sup>(12)</sup>. El plomo se deposita principalmente en huesos y órganos internos como el hígado y el riñón.

También se ha agudizado la preocupación respecto de la particular susceptibilidad de los fetos y niños pequeños ante los efectos del plomo y el cadmio porque debido a su condición fisiológica, sus niveles de tolerancia son menores y están predispuestos a niveles de contaminación que desde su condición se ven acrecentados al igual que los efectos adversos sobre ellos.

Una de las formas más tóxicas del plomo es como citrato de plomo, al reaccionar con el ácido cítrico, presente en las frutas.

Las partículas finas de plomo pueden ser altamente peligrosas porque se adhieren con facilidad a la piel, son más solubles que las partículas gruesas de plomo en el tracto gastrointestinal y se absorben fácilmente a través del sistema respiratorio<sup>(12)</sup>.

Cuando un alimento es ácido éste puede lixiviar al plomo con mayor facilidad de la fuente contaminante y propiciar una mejor absorción en el organismo, como es el caso del Chile.

Pese a su elevada toxicidad y los esfuerzos de organizaciones a nivel mundial para disminuir su explotación, la utilización de este metal creció en un 2.8 % en 2005 (7.5 toneladas métricas<sup>(13)</sup>).

Es utilizado en baterías automotrices y de respaldo para generación eléctrica principalmente para la producción de chapas delgadas, extruídas y laminadas para construcción en tuberías destinadas a usos especiales como por ejemplo el transporte químico, el revestimiento de cables, los paneles de vidrios ahumados, las pesas, el acero chapado en plomo, el talco para plastificantes, las pinturas anticorrosivas especiales y las municiones.

Las aleaciones de plomo son usadas en pilas y baterías (plomo-antimonio), en soldadura (plomo-estaño) y el blindaje de protección antirradioactiva. Compuestos de plomo sirven como aditivos en la gasolina, los estabilizadores de PVC, el cristal de vidrio, los barnices de cerámica y los pigmentos rojo, amarillo (cromato de plomo) y naranja (molibdato de plomo)<sup>(13)</sup>.

México entre otros países como Alaska, Canadá, Perú y Portugal, tiene fuentes significativas de plomo<sup>12</sup>.

## **4.2. NIQUEL**

El níquel es un metal pesado altamente tóxico, que al ser liberado al ambiente se adhiere a partículas que contienen hierro o manganeso de tal manera que puede ser distribuido y contaminar.

Es potencialmente cancerígeno y en el organismo principalmente genera problemas en todo el sistema respiratorio cuando se expone a él.

### **4.3. HIERRO**

El hierro es un nutrimento indispensable en la dieta. La deficiencia de hierro ocasiona descompensaciones fisiológicas como: disminución del suministro de oxígeno, anemia y mal funcionamiento enzimático, entre otras. No se han reportado intoxicaciones provocadas por la dieta, pero sí por la ingestión de suplementos alimenticios con alto contenido de este metal presentándose la hemocromatosis.

La ingesta diaria de hierro en condiciones normales es de 10 a 12 miligramos por día<sup>(14)</sup>.

### **4.4. ZINC**

El zinc es un metal indispensable en la dieta. La deficiencia de zinc puede ocasionar: enanismo, crecimiento retardado de las gónadas, acrodermatitis enteropática<sup>(12)</sup> y mal funcionamiento enzimático, por mencionar algunas. No se han reportado intoxicaciones provocadas por la dieta, pero sí por la ingestión de suplementos alimenticios con alto contenido de este metal, ocasionando la fiebre metálica y diarrea.

Las necesidades de zinc diarias en condiciones normales son de 2.2 miligramos por día<sup>(14)</sup>.

### **4.5. COBRE**

El cobre es un metal pesado, probablemente el primer metal utilizado por el hombre. Nuestro organismo requiere pequeñas dosis de cobre para su correcto funcionamiento. La carencia de

cobre podría ocasionar anemias moderadas, edemas, desmineralización ósea, retardo del crecimiento, anorexia y vulnerabilidad a infecciones<sup>(12)</sup>.

Una intoxicación por cobre repercute en las funciones renales y neurológicas.

Una persona normal necesita aproximadamente unos 2 miligramos de cobre al día que obtiene de frutas secas, cereales integrales y carnes<sup>(14)</sup>.

#### **4.6. POTASIO**

El potasio es un elemento muy abundante, es indispensable en la dieta humana, ya que es de vital importancia en muchas de las funciones corporales.

Cuando existe una deficiencia de potasio los síntomas se presentan inmediatamente como debilidad muscular, náuseas, vómitos, irritabilidad e incluso irregularidades cardiacas.

Cuando se presenta un aumento de potasio en el organismo, por falta de agua, puede acumularse en los riñones ocasionando irregularidades.

El organismo humano requiere aproximadamente 3.5 gramo por día de potasio<sup>(14)</sup>.

#### **4.7. CALCIO**

El calcio es un elemento abundante en forma de sales, se requiere obligatoriamente puesto que constituye la masa ósea del organismo.

El calcio, participa en la coagulación, en la correcta permeabilidad de las membranas y como regulador nervioso y neuromuscular, modula la contracción muscular (incluida la frecuencia cardiaca), la absorción y secreción intestinal así como la liberación de hormonas.

El calcio se obtiene de productos lácteos, algunos vegetales y nueces, en condiciones óptimas la ingesta diaria de calcio debe ser de 1 gramo por día<sup>(14)</sup>.

#### **4.8. ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (método de cuantificación)**

Debido a la naturaleza inorgánica de los elementos a cuantificar, como contaminantes o como nutrimentos, las concentraciones presentes en los alimentos son muy pequeñas (a nivel de trazas). Por este motivo para cuantificarlos se utilizó la Espectroscopia de Absorción Atómica, esta técnica se basa en hacer incidir un haz de luz de una determinada longitud de onda sobre un átomo libre en estado fundamental ó basal, el átomo puede absorber energía y pasa al estado excitado, en un proceso conocido como absorción atómica. Esta técnica permite determinar cuantitativamente un analito presente, ya que la cantidad de luz absorbida es directamente proporcional a la concentración del mismo.

Existen tres modalidades de Espectroscopia de Absorción Atómica; con flama que permite identificar elementos a niveles de  $\mu\text{g mL}^{-1}$  (partes por millón); con horno de grafito y con generador de hidruros que permiten identificar elementos a nivel de  $\mu\text{g mL}^{-1}$  (partes por billón).

#### **4.9. METODOLOGÍA ANALÍTICA**

Para efectuar las determinaciones se tomó como referencia la NOM 117-SSA1-1994, sin embargo hubo necesidad de desarrollar la metodología en las condiciones propias del laboratorio, y adaptarlas al equipo utilizado.

Para asegurar que los resultados obtenidos mediante una metodología desarrollada son confiables puede usarse un proceso de validación; es decir efectuar una serie de pasos mediante los cuales queda establecido experimentalmente que la capacidad del método es suficiente como para satisfacer las necesidades de las mediciones realizadas<sup>(5)</sup>. De esta manera se garantiza la confiabilidad de los resultados.

La validación de una metodología involucra tiempo y recursos económicos, para la comparación de los valores obtenidos con los de otra, ya que sería necesario un amplio análisis estadístico y como consecuencia el manejo de un gran número de muestras; esto lo hace un proceso muy complejo. Por lo que en este trabajo solo se obtuvieron los siguientes parámetros:

- Límite de detección: concentración mínima detectable del analito.
- Límite de cuantificación: valor de la concentración a partir de la cual tiene significado cuantitativo.
- Exactitud: es el grado de proximidad entre una medida y el valor verdadero o esperado y está definido por la recuperación.
- Precisión: es el grado de proximidad entre resultados que se efectúan repetitivamente y en forma independiente y está relacionada con el coeficiente de variación
- Sensibilidad: corresponde a la mínima cantidad de analito que puede producir una señal de 1 % de absorbancia ó 0.044 UA.
- Intervalo útil: intervalo de concentración comprendido entre el límite de cuantificación y el límite de linealidad (máximo valor de la concentración hasta donde se cumple la linealidad)

#### **4.10. MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO**

El material de referencia certificado es una sustancia o material cuyas propiedades o al menos una de ellas, son suficientemente estables para ser usados en la calibración de aparatos, evaluación de métodos de medición o para caracterizar otros materiales. Este va acompañado de un certificado en el cual uno o más valores están certificados por un procedimiento que establece su trazabilidad, cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con la indicación de un nivel de confianza<sup>(18)</sup>.

Los materiales de referencia certificados se utilizan para:

- Calibrar y/o verificar patrones y equipos de medición.
- Validar métodos analíticos,
- Comprobar la exactitud de los resultados.
- Comprobar el desempeño de un laboratorio o un analista.
- Asignar valores e incertidumbres de medición de magnitudes del mismo tipo a otros materiales.

Es muy importante seleccionar adecuadamente el material de referencia que se utilizará, este debe ser:

- Homogéneo y de composición constante.
- Similar en concentración al valor de la muestra que se espera encontrar.
- Similar en la matriz con las muestras o el objeto a analizar.
- Estable en su composición.

En México sólo pueden llamarse y utilizarse los materiales de referencia certificados que estén aprobados por el Centro Nacional de Metrología.

#### **4.11. NORMATIVIDAD PARA CONTROL DE CALIDAD EN CHILES SECOS**

Actualmente no existe norma oficial mexicana para definir las características de calidad de los chiles secos enteros o molidos, sin embargo se ha anunciado que se está trabajando en un preproyecto de norma para chiles secos<sup>(1)</sup>.

El Codex Alimentarius cuenta con especificaciones de límites máximos permisibles de Pb (0.2 mg kg<sup>-1</sup>) y Cd (0.05 mg kg<sup>-1</sup>) para diferentes alimentos, pero no para chile como tal aunque se puede agrupar con los frutos, al igual que la Unión Europea para frutas (0.1 mg kg<sup>-1</sup> de Pb) y bayas frutas pequeñas de (0.2 mg kg<sup>-1</sup>)

La norma oficial mexicana NOM-130-SSA1-1995<sup>(17)</sup>, propone un límite máximo de Pb (1 mg kg<sup>-1</sup>) y Cd (0.2 mg kg<sup>-1</sup>) en vegetales envasados, y la norma oficial mexicana NOM-147-ssa1-1994<sup>(18)</sup> para Pb en harina (0.5 mg kg<sup>-1</sup>)

En la norma oficial mexicana. NOM-127-SSA1-1994. El límite máximo de plomo permitido en el agua para uso y consumo humano es de 0.01 mg L<sup>-1</sup>.

En agua para consumo humano la EPA (Environmental Protection Agency, Agencia de Protección Ambiental) establece como límite máximo de concentración de 0.01 mg L<sup>-1</sup> para cadmio, de 0.050 mg L<sup>-1</sup> de plomo, 0.005 mg L<sup>-1</sup> de Zinc, 0.632 mg L<sup>-1</sup> de Ni y 0.001 mg L<sup>-1</sup> de cobre.

## 5. METODOLOGIA

### 5.1. Materiales y Reactivos:

- Balanza analítica Sartorius, BP 221 S.
- Estufa de secado a 100 °C.
- Campana de extracción.
- Horno de microondas CEM MDS-2000 con carrusel para digestión de doce vasos.
- Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 2380.
- Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 3100, horno de grafito Perkin-Elmer HGA-600.
- Automuestreador de horno de grafito Perkin-Elmer AS-60.
- Lámparas de cátodo hueco para determinar: Fe, Zn, Ca, K, Cu, Pb, Ni.
- Micropipeta calibrada de 10 a 100 microlitros.
- Micropipeta calibrada de 100 a 1000 microlitros.
- Vidrios de reloj.
- Vasos de precipitados.
- Matraces aforados de 10 mililitros.
- Matraces aforados de 25 mililitros.
- Pipetas volumétricas de 5 mililitros.
- Recipientes de plástico de 12 mililitros con tapa.
- Agua desionizada.
- Ácido nítrico de alta pureza: Ácido Nítrico al 70 %. Baker Instra-Analyzed Reagent.
- Material de referencia certificado: High-Purity, Cat # CRM-OL Orchard Leaves, Lote # 529026.

- Soluciones estándares o Soluciones patrón de cada elemento a cuantificar: Perkin Elmer Lote # 9-02PE.

## **5.2. DESARROLLO DE LA METODOLOGIA**

La metodología utilizada en este estudio se basó en la Norma Oficial Mexicana 117-SSA1-1994, que describe la determinación de algunos metales en alimentos por Espectroscopia de Absorción Atómica. Siendo el chile en polvo el alimento objeto de estudio y hierro, zinc, calcio, cobre, potasio, plomo y níquel los metales a cuantificar. La metodología se adaptó a las condiciones propias del laboratorio de trabajo y del equipo disponible así como a las características de la muestra.

### **Muestras seleccionadas:**

Fueron analizados tres tipos de chile en polvo (seco y molido), seleccionados previamente por tener las características de ser los de mayor consumo, probabilidad de contaminación y dudosa calidad.

Una vez identificados los tipos de chile a analizar se realizó un muestreo aleatorio de los chiles vendidos a granel en la central de Abastos del Distrito Federal.

Se seleccionaron diez muestras de cada uno de los siguientes chiles: chile guajillo, chile de árbol y chile piquín. De esta manera se obtuvo un número de muestras significativo.

### **Procedimiento**

Las muestras se sometieron a un tratamiento adecuado para realizar las mediciones de cada metal en cada una de ellas. Este tratamiento se describe a continuación

### **Tratamiento de la muestra:**

En primera instancia y para mantener una metodología confiable fue necesario cuidar la limpieza total de todo el material que tuviera contacto con la muestra, ya que, las concentraciones de los metales en alimentos se encuentran a nivel de trazas, por lo que la contaminación más mínima puede ser riesgosa en la metodología e inducir a grandes errores.

Durante el proceso de tratamiento de las muestras todo el material utilizado fue sometido a un profundo tratamiento de limpieza. Se lavó con agua desionizada y se trató con ácido nítrico para evitar cualquier tipo de contaminación que pudiera afectar las determinaciones.

Por seguridad del estudio y de los resultados obtenidos cada una de las muestras fue trabajada por triplicado. Las muestras fueron secadas hasta peso constante en una estufa a 100 ° C. Cuando estuvieron secas se pesaron alrededor de 0.2 g en una balanza analítica calibrada.

Las muestras de 0.2g cada una, fueron digeridas en el Horno de Microondas CEM . Se añadieron cinco mililitros de ácido nítrico de alta pureza y con la ayuda de la presión y la temperatura generada dentro del horno se logró una combustión ácida. Esta combustión eliminó eficientemente toda la materia orgánica presente en los chiles y dejó en la solución solo la materia inorgánica. En cada corrida se prepararon de uno a tres blancos de reactivos, que contenían solamente 5 mL de ácido nítrico.

Para que el horno de microondas digiriera toda la materia orgánica fue necesario crear un programa en donde se indicara qué presión aplicar, a qué capacidad de potencia trabajar y en qué intervalos de tiempo hacerlo. Este programa se obtuvo a base de ensayar con diferentes valores

de los parámetros anteriores hasta que se consiguieron las condiciones óptimas, las cuales se presentan a continuación:

**Tabla 1.** Condiciones de Digestión.

Reactivo	Ácido Nítrico al 70 %.			
	Pb < 0.5 ppb, Fe 2 ppb, Cd < 2pp, Cu < 0.1 ppm , K < 2ppm, Ca < 0.2 ppm , Ni <0.7 ppb, Zn < 0.3 ppb			
Condiciones	(1)	(2)	(3)	(4)
% Poder	100	100	100	100
Presión (PSI)	15	30	60	100
Tiempo (min)	10:00	10:00	10:00	10:00
Tap	5:00	5:00	5:00	5:00

El horno de microondas cuenta con un carrusel para doce vasos de digestión en donde caben once muestras y un blanco por corrida. Aunque en algunas de las corridas el blanco se trabajó por triplicado y se metieron menor número de muestras en el carrusel.

Cada vaso era cerrado cuidadosamente y colocado en el carrusel, éste se colocaba dentro del horno de microondas que ejecutaba las órdenes programadas. Después de aproximadamente una hora de espera la digestión terminaba. Una vez digeridas las muestras contenidas en los vasos eran transvasadas a un matraz volumétrico y aforadas a diez mililitros con agua desionizada.

Inmediatamente después de aforar las muestras se volvían a transvasar a unos pequeños frascos contenedores de plástico con capacidad para doce mililitros. De esta manera se evitó la contaminación por lixiviación por ácido de posibles metales adheridos a las paredes del vidrio del matraz y que los metales en la solución se adsorbieran en el vidrio.

Con las muestras contenidas en los recipientes de plástico el paso siguiente era la determinación de los metales presentes en ellas. Para realizar las mediciones de cada elemento se utilizaron un Espectrofotómetro de Absorción Atómica con Flama y un Espectrofotómetro de Absorción Atómica con Horno de Grafito.

Cada uno de los dos equipos utilizados cuenta con un manual que especifica las condiciones bajo las cuales se debe preparar el equipo antes de realizar la medición de cualquier metal. Debido al fundamento en el que se basa la Espectroscopia de Absorción Atómica cada elemento requiere de condiciones específicas para poder ser determinado. Estas condiciones son la longitud de onda, el ancho de banda y una lámpara de cátodo hueco especial. Para cuantificar es necesario hacer el ajuste pertinente en el equipo, puesto que sólo se puede cuantificar un elemento a la vez y cada uno de ellos requiere de condiciones diferentes, estas se especifican más adelante.

Para cuantificar la concentración de un metal en una muestra por medio de Espectrofotometría de Absorción Atómica se requiere de una curva de calibración, la cual se elabora preparando soluciones de diferentes concentraciones del elemento que se quiera determinar. Estos datos son tratados mediante una regresión lineal para obtener una ecuación. Gracias a esta ecuación es posible calcular la concentración de los metales en las muestras.

Con los valores obtenidos se trazó una gráfica de absorbancia contra concentración para determinar el intervalo lineal para cada elemento. Con los datos de las curvas de calibración y utilizando un programa de excel<sup>(19)</sup> se determinaron los parámetros analíticos para cada uno de los elementos. En el caso de hierro, zinc y plomo se evaluó el porcentaje de recuperación durante el tratamiento de las muestras.

Para continuar la explicación de la metodología separaremos a los elementos en dos grupos, el primero con los elementos determinados por Espectroscopia de Absorción Atómica con flama (5.3), y el segundo con los elementos determinados por Espectroscopia de Absorción Atómica y horno de grafito (5.4).

### **5.3 ELEMENTOS DETERMINADOS MEDIANTE ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON FLAMA**

Los elementos determinados mediante Espectroscopia de Absorción Atómica con flama fueron hierro, zinc, cobre, potasio y calcio. Esto porque las concentraciones para estos elementos tomando en consideración el peso de la muestra de Chile y el aforo a 10 mililitros, el orden de concentración esperado era de  $\mu\text{g mL}^{-1}$  (ppm). Estas concentraciones se consideran relativamente grandes con respecto a las concentraciones que se pueden detectar con Espectroscopia de Absorción Atómica con horno de grafito  $\mu\text{g L}^{-1}$  (ppb).

Se tomaron muestras al azar para elucidar las concentraciones de los elementos de las muestras e inferir entre que intervalos podría estar presente el hierro.

Finalmente para comprobar que las mediciones realizadas arrojaran valores lo más cercano al valor real se cuantificó la concentración de cada elemento en material de referencia certificado. Este proceso se realizó para cada uno de los elementos, descritos a continuación.

#### **5.3.1 DETERMINACION DE HIERRO**

Por referencia bibliográfica<sup>(4)</sup> y condiciones de proceso, desde un principio se sospechó que el hierro se encontraría presente en el Chile molido en una cantidad significativa pese a ser un elemento traza. Las determinaciones se realizaron mediante un Espectrofotómetro de Absorción con Flama para detectar el elemento en concentraciones en orden de  $\mu\text{g mL}^{-1}$  (ppm).

Se ajustó el equipo a las condiciones adecuadas para la determinación del hierro sugeridas en el manual de uso. Se prepararon soluciones para la curva de calibración a partir de un estándar de

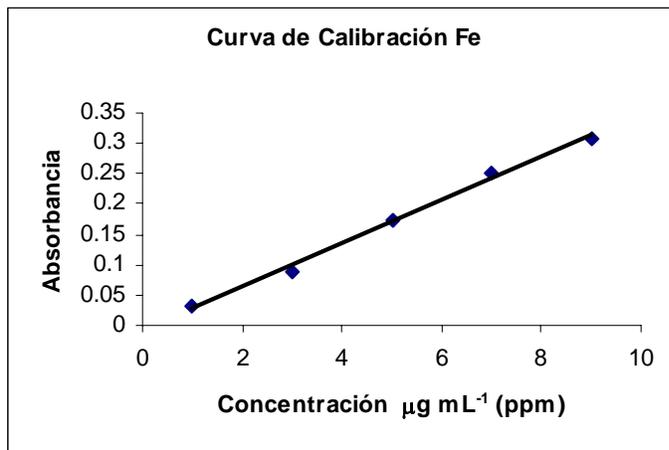
1000  $\mu\text{g mL}^{-1}$  (ppm) en matraces aforados previamente tratados, para obtener un intervalo lineal, se leyeron muestras y material de referencia certificado.

**Tabla 2.** Condiciones para la determinación de Fe.

<b>Fe</b>					
Equipo	Longitud de onda (nm)	Ancho de banda (nm)	Flama	Estándar	Material de Referencia
Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 2380, con deflector de flujo y lámpara de cátodo hueco para Fe y Zn.	248.3	0.2	Flama aire-acetileno, oxidante.	Perkin-Elmer Lote # 9-02PE	High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026

La curva de calibración más adecuada a las concentraciones de Fe en las muestras fue:

**Gráfico 1.** Curva de calibración para Fe.



**Tabla 3.**

<b>Datos de la Curva</b>	
[C] $\mu\text{g mL}^{-1}$ (ppm)	Abs
1	0.033
3	0.088
5	0.175
7	0.252
9	0.308
Límite de detección	1.641
Límite de Cuantificación	5.471
$y = 0.0357x - 0.0073, R^2 = 0.994$	

### 5.3.2 DETERMINACIÓN DE ZINC

La determinación de zinc también se realizó en espectrofotómetro de Absorción con Flama, se realizaron los ajustes correspondientes en el equipo.

En este caso se nota que las concentraciones de los estándares son menores que para el hierro, esto se debe a la sensibilidad de este elemento. Además de que la concentración de zinc en las muestras es significativamente menor que la del hierro.

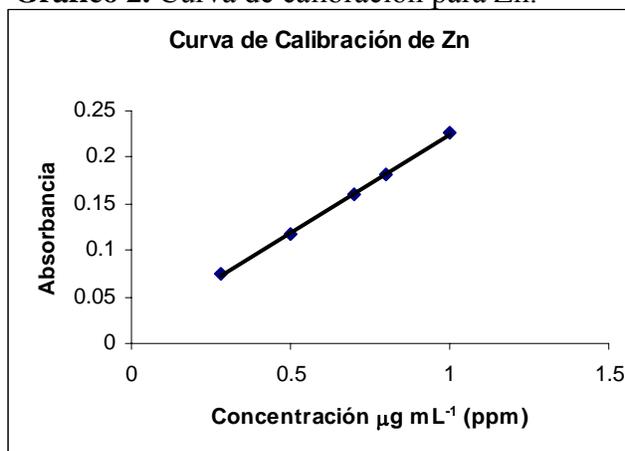
Como en cada caso se corroboró la exactitud de las mediciones mediante material de referencia.

**Tabla 4.** Condiciones para la determinación de Zn.

<b>Zn</b>					
Equipo	Longitud de onda (nm)	Ancho de banda (nm)	Flama	Estándar	Material de Referencia
Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 2380, con deflector de flujo y lámpara de cátodo hueco para Fe y Zn.	213.9	0.7	Flama aire-acetileno, oxidante.	Perkin Elmer Lote # 8-106ZN-PE	High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026

La curva de calibración más adecuada a las concentraciones de las muestras fue:

**Gráfico 2.** Curva de calibración para Zn.



**Tabla 5.**

<b>Datos de la Curva</b>	
[C] µg mL <sup>-1</sup> (ppm)	Abs
0.28	0.074
0.5	0.117
0.7	0.161
0.8	0.182
1	0.227
Límite de detección	0.150
Límite de Cuantificación	0.500
$y = 0.212x + 0.013, R^2 = 0.9994$	

### 5.3.3 DETERMINACION DE COBRE

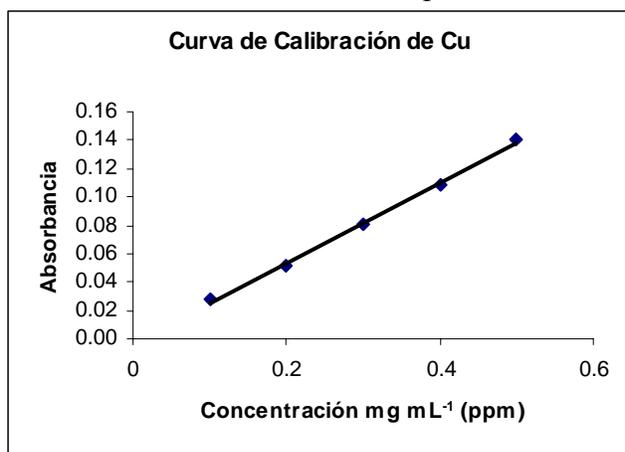
Como en cada caso se siguió el procedimiento de digestión, la preparación de estándares para crear un intervalo lineal y la preparación del equipo para hacer las determinaciones. En este caso se utilizó la lámpara de cátodo hueco para cobre.

**Tabla 6.** Condiciones para la determinación de Cu.

<b>Cu</b>					
Equipo	Longitud de onda (nm)	Ancho de banda (nm)	Flama	Estándar	Material de Referencia
Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 2380, esfera de impacto y lámpara de cátodo hueco para Cu.	324.8	0.7	Flama aire-acetileno, oxidante.	High-Purity Standard Cat # ICV-1 Lote # 520113	High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026

La curva de calibración más adecuada a las concentraciones de las muestras fue:

**Gráfico 3.** Curva de calibración para Cu.



**Tabla 7.**

<b>Datos de la Curva</b>	
[C] $\mu\text{g mL}^{-1}$ (ppm)	Abs
0.1	0.028
0.2	0.052
0.3	0.080
0.4	0.108
0.5	0.140
Límite de detección	0.038
Límite de Cuantificación	0.126
$y = 0.28x + 0.0023, R^2 = 0.9977$	

### 5.3.4. DETERMINACION DE POTASIO

Para determinar potasio fue necesaria la adición de lantano porque debido a su naturaleza, presenta una interferencia cuando se quiere determinar su concentración por Espectroscopia de Absorción Atómica. Esta interferencia puede ser fácilmente contrarrestada mediante la adición de una solución de 0.1% ó más de cloruro de lantano a las muestras y los estándares.

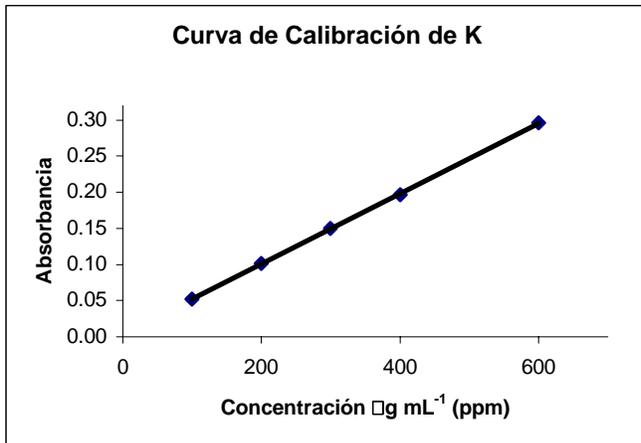
Una vez ajustado el equipo a las condiciones óptimas y con la lámpara adecuada, se procedió a la lectura de las muestras con una alta concentración del elemento.

**Tabla 8.** Condiciones para la determinación de K.

<b>K</b>					
Equipo	Longitud de onda (nm)	Ancho de banda (nm)	Flama	Estándar	Material de Referencia
Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 2380, deflector de flujo y lámpara de cátodo hueco para K.	766.5	0.7	Flama aire-acetileno, oxidante.	High-Purity Standars Cat # INFCS-1/Solution A Lote # 520936	High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026

La curva de calibración seleccionada, se encuentra en un intervalo de concentraciones bastante elevado, como se muestra a continuación.

**Gráfico 4.** Curva de calibración para K



**Tabla 9.**

<b>Datos de la Curva</b>	
[C] µg mL <sup>-1</sup> (ppm)	Abs
100	0.052
200	0.102
300	0.150
400	0.197
600	0.296
Límite de detección	4.309
Límite de Cuantificación	14.362
$y = 0.0005x + 0.0034, R^2 = 0.9999$	

### 5.3.5. DETERMINACION DE CALCIO

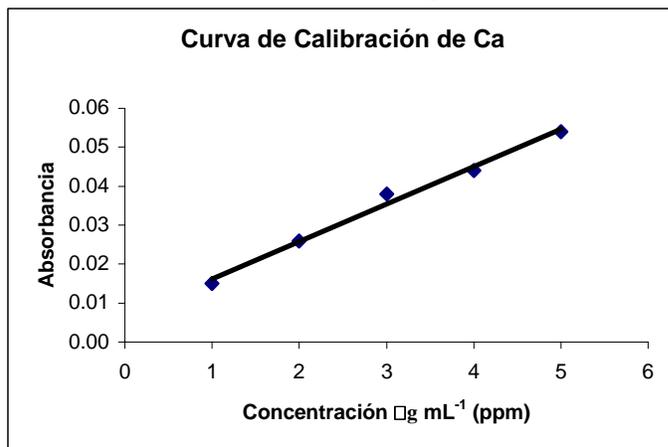
Como en cada caso el equipo fue ajustado y se trabajó con la lámpara de cátodo hueco específica para calcio.

**Tabla 10.** Condiciones para la determinación de Ca.

<b>Ca</b>					
Equipo	Longitud de onda (nm)	Ancho de banda (nm)	Flama	Estándar	Material de Referencia
Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 2380, deflector de flujo y lámpara de cátodo hueco para Ca.	422.7	0.7	Flama aire-acetileno, oxidante.	High-Purity Standard Cat # ICV-1 Lote # 520113	High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026

La curva de calibración para la detección de Ca presentó una ligera desviación en el tercero de los cinco puntos, como lo demuestra el valor de  $R^2$ , sin embargo, se aceptó trabajar con esta recta ya que es el comportamiento que presenta el elemento en este intervalo.

**Gráfico 5.** Curva de calibración para Ca.



**Tabla 11.**

<b>Datos de la Curva</b>	
[C] $\mu\text{g mL}^{-1}$ (ppm)	Abs
1	0.0150
2	0.026
3	0.038
4	0.044
5	0.054
Límite de detección	0.559
Límite de Cuantificación	1.863
$y = 0.0096x + 0.0066, R^2 = 0.99$	

#### **5.4 ELEMENTOS DETERMINADOS MEDIANTE ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON HORNO DE GRAFITO.**

Los elementos determinados mediante Espectroscopia de Absorción Atómica con horno de grafito fueron plomo y níquel, debido a que estos son metales pesados que generalmente se encuentran en concentraciones sumamente pequeñas en el orden de  $\mu\text{g L}^{-1}$  (ppb).

Para poder analizarlos fue necesario digerir las muestras como se mencionó anteriormente. Igual que con flama fue necesario para cada elemento ajustar el equipo según las necesidades especificadas en el manual del mismo y usar una lámpara de cátodo hueco específica para cada uno de ellos. Estas condiciones se especifican más adelante (tabla 12 para plomo y tabla 15 para níquel).

Para utilizar el equipo con horno de grafito fue necesario programar una secuencia de pasos. Este programa guía el funcionamiento del equipo en intervalos de una relación tiempo y temperaturas a los que la muestra digerida debía someterse. Se realizaron dos programas diferentes; uno específico para cuantificar plomo (tabla 13) y otro para cuantificar níquel en chiles molidos (tabla 15). Este tratamiento permite la correcta cuantificación de los elementos y se lleva a cabo dentro de un tubo piro-recubierto con plataforma de L'vov.

En algunos casos al utilizar la técnica de Espectroscopia de Absorción Atómica con horno de grafito es necesario un modificador de matriz, éste permite estabilizar la señal para cuantificar al elemento, impidiendo que se pierda como consecuencia de las altas temperaturas.

El Espectrofotómetro cuenta con un automuestreador que está acoplado a una computadora. Este sistema permite al equipo tomar la cantidad exacta de muestra para cuantificar los elementos, también permite hacer diluciones y agregar el modificador de matriz, según se requiera. Cada una de las diluciones fue tomada en cuenta para calcular la concentración final en  $\text{mg kg}^{-1}$  (ppm).

En este caso el equipo se encarga de hacer las diluciones para la curva de calibración a partir de un estándar. De esta manera se encontraron curvas de calibración adecuadas con un coeficiente de correlación muy cercano a uno para plomo y níquel (gráficos 6 y 7).

En cada una de las muestras se realizaron las lecturas por triplicado, la computadora del equipo reporta el porcentaje de error entre las replicas que al ser menor a 5 %, proporciona confiabilidad en los resultados.

Durante las lecturas se intercalaba material de referencia certificado, el cual sirvió como guía para saber que el equipo estaba arrojando datos certeros. Estos datos pueden observarse en la tabla 32.

### 5.4.1 DETERMINACION DE PLOMO

En un principio se consideró que este elemento, al ser un contaminante abundante podría presentarse en los chiles en una concentración a nivel de  $\text{mg L}^{-1}$ . Después de algunos intentos para detectar el elemento en Espectroscopia de Absorción Atómica con flama, se observó que se encontraba en concentraciones que demandaban mayor sensibilidad en el equipo. Se decidió utilizar el Espectrofotómetro de Absorción Atómica con horno de grafito para cuantificar plomo en el chile en polvo para un mejor análisis.

Se elaboró la curva de calibración más adecuada mediante diluciones hechas por el equipo. Se evaluaron tres de las muestras por triplicado, las concentraciones de éstas siempre se encontraron dentro del intervalo lineal.

**bla 12.** Condiciones para la determinación de Pb.

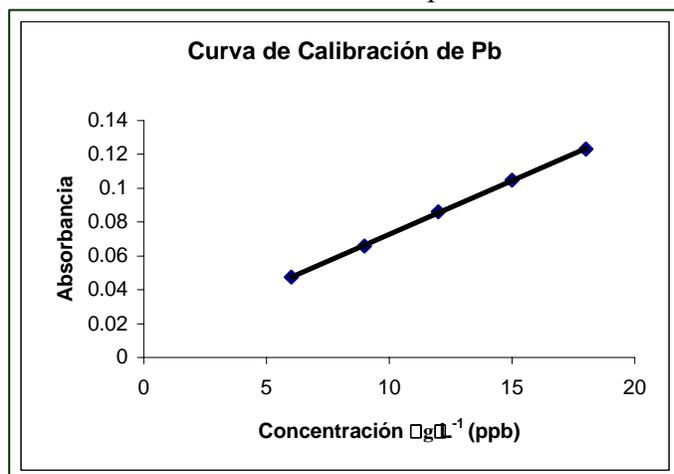
<b>Pb</b>					
Equipo	Longitud de onda (nm)	Ancho de banda (nm)	Información Adicional	Estándar	Material de Referencia
Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 3100, horno de grafito Perkin-Elmer HGA-600, automuestreador de horno de grafito Perkin-Elmer AS-60, lámpara de cátodo hueco de Pb.	283.3	0.7	Modificador de Matriz: $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , tubo de grafito piro-recubierto y plataforma L'vov	High-Purity Standard Cat # ICV-1 Lote # 520113	High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026

**Tabla 13.**

Condiciones de detección con el Espectrofotómetro usando horno de grafito.

Paso	Temperatura (° C)	Rampa de tiempo (s)	Tiempo Total (s)	Flujo Interno	Gas argón.
1	120	10	50	300	
2	700	1	30	300	
3	20	1	15	300	
4	1800	0	5	0	
5	2600	1	5	300	
Temperatura de Inyección: 20 ° C					

La curva de calibración que presentó el mejor intervalo lineal y en donde se situaron las muestras para determinar la concentración de plomo fue:

**Gráfico 6.** Curva de calibración para Pb.**Tabla 14.**

Datos de la Curva	
[C] µg/L (ppb)	Abs
6	0.048
9	0.066
12	0.086
15	0.105
18	0.123
Límite de detección	0.674
Límite de Cuantificación	2.246
$y = 0.0063x + 0.0095, R^2 = 0.9998$	

### 5.4.2. DETERMINACION DE NIQUEL

En el caso del Níquel se evaluaron tres muestras por triplicado de cada uno de los chiles seleccionados, las lecturas de absorbancia para determinar la concentración del elemento en las muestras también se hicieron por triplicado.

**Tabla 15.** Condiciones para la determinación de Ni.

Ni					
Equipo	Longitud de onda (nm)	Ancho de banda (nm)	Información Adicional	Estándar	Material de Referencia
Espectrofotómetro de absorción atómica; Perkin-Elmer 3100, horno de grafito Perkin-Elmer HGA-600, □automuestreador de horno de grafito Perkin-Elmer AS-60, lámpara de cátodo hueco de Ni.	232	0.2	Tubo de grafito pireocubierto y plataforma de L'vov	High-Purity Standard Cat # ICV-1 Lote # 520113	High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026

**Tabla 16.**

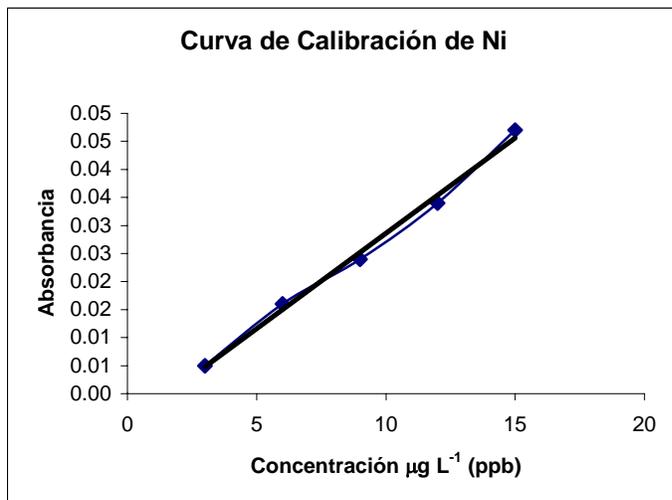
Condiciones de detección con el Espectrofotómetro usando horno de grafito.

Paso	Temperatura (° C)	Rampa de tiempo (s)	Tiempo Total (s)	Flujo Interno	Gas argón.
1	120	10	50	300	
2	1400	1	30	300	
3	20	1	15	300	
4	2500	0	5	0	
5	2600	1	5	300	
Temperatura de Inyección: 20 ° C					

Para confirmar el programa se corrió una curva de calibración con las temperaturas y tiempos que vienen descritos en el equipo y posteriormente se optimizó el mismo para la determinación de

Níquel en chiles en polvo (tabla 16) . Se encontró que la curva de calibración más conveniente para este caso fue:

**Gráfico 7.** Curva de calibración para Ni.



**Tabla 17.**

Datos de la Curva	
[C] $\mu\text{g L}^{-1}$ (ppb)	Abs
3	0.005
6	0.016
9	0.024
12	0.034
15	0.047
Límite de detección	1.289
Límite de Cuantificación	4.296
$y = 0.0034x - 0.0054, R^2 = 0.9939$	

## 5.5. EVALUACIÓN DE LA METODOLOGIA

La evaluación de la metodología espectrofotométrica se realizó al determinarse el contenido de cada elemento en material de referencia certificado, debido a que no existe chile en polvo certificado, se trabajó con la solución que consideramos más parecida a la matriz del chile; en este caso se usó hojas de orquídea (High-Purity Cat # CRM-OL Orchard Leaves Lote # 529026).

El material certificado se trabajó en las mismas condiciones e en las mismas corridas en las que se cuantificaron los elementos en las muestras. De estas mediciones se obtuvieron porcentajes de error (tabla 32) útiles para verificar que el equipo y la metodología funcionaran correctamente.

La metodología desarrollada se controló en los siguientes aspectos, para minimizar cualquier fuente de error:

- Durante el análisis, se usó ropa limpia, guantes y lentes de seguridad.
- La metodología la realizó una misma persona que se encargó de preparar las diluciones, las condiciones de limpieza y almacenamiento del material. Se usó ropa limpia, guantes y lentes de seguridad.
- Equipo y Materiales: Como se mencionó anteriormente, todo el material fue lavado cuidadosamente antes de su utilización para evitar cualquier tipo de contaminación. En cuanto a los equipos se verificaron antes de realizar las determinaciones para asegurar su buen funcionamiento.
- Reactivos: Todos los reactivos utilizados fueron de alta pureza y en su caso de grado analítico.

### 5.5.1. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS

El límite de detección y límite de cuantificación fueron calculados mediante un programa para computadora en Excel <sup>(20)</sup>. Estos parámetros permitieron situar a las muestras dentro del intervalo lineal.

Algunos parámetros de validación utilizados durante la metodología fueron:

- **Sensibilidad:** Mediante el cálculo de Límite de detección y Límite de cuantificación.
- **Linealidad:** Se prepararon cinco disoluciones de diferentes concentraciones para obtener un intervalo lineal, en donde se sitúan las muestras. Se aceptaron curvas de calibración en

las que el coeficiente de correlación fuera mayor de 0.99.

- **Precisión:** Se obtuvo el coeficiente de variación entre las lecturas obtenidas para una misma muestra.
- **Exactitud:** Se determinó la concentración de cada elemento en material de referencia certificado y se obtuvo el porcentaje de error que presentaba la concentración obtenida de la concentración real.

### 5.5.2. PORCENTAJES DE RECUPERACIÓN

Como se mencionó anteriormente para el caso de hierro, zinc y plomo se evaluó el porcentaje de recuperación. En otras palabras se evaluó qué cantidad o concentración del elemento determinado se pierde durante el tratamiento de la muestra. Este porcentaje se evalúa desde la digestión de las muestras hasta la lectura de las mismas en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

Para evaluar el porcentaje de recuperación de hierro, zinc y plomo se llevó a cabo el siguiente procedimiento:

Se seleccionaron dos muestras al azar de cada tipo de Chile, por triplicado. Estas muestras se secaron, homogeneizaron y pesaron (0.1 g) para su análisis. Finalmente se determinó el contenido promedio de cada uno de estos elementos.

A uno de los triplicados se le adicionó una concentración conocida mínima del elemento a medir a otro se le adicionó una concentración conocida máxima y un tercero no fue adicionado. De esta manera se pretendía que la concentración de hierro, zinc y plomo de todas las muestras adicionadas estuviera dentro del intervalo lineal de la curva de calibración. Todos los triplicados fueron tratados con los mismos procedimientos que se utilizaron para las muestras; desde la digestión hasta la determinación del elemento.

Se determinó la concentración de hierro, zinc y plomo en las muestras solas y adicionadas. Con estos resultados y mediante cálculos se obtuvieron los porcentajes de recuperación, es decir la cantidad de cada elemento que permaneció en la muestra después del tratamiento.

Se obtuvieron los porcentajes de recuperación para cada concentración adicionada y se encontró que, para la adición mínima como para la máxima, presentaban gran similitud.

Los porcentajes de recuperación fueron aceptados, ya que en su mayoría, a excepción del porcentaje de recuperación para hierro (74.3 %), fueron mayores a setenta y cinco por ciento.

## **5.6. EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE METALES CONSUMIDOS POR LA INGESTA DE CHILE EN POLVO**

Para evaluar la ingesta de metales por medio del consumo de chile seco y en polvo lo primero que se hizo fue determinar qué cantidad (en gramos) consume una persona normal por ración. Ya que una de las formas de consumo típicas e inmediatas del chile seco es sobre frutas y verduras frescas. Se realizó un sondeo de la siguiente manera: se visitaron tres expendios de fruta picada que se encuentran situados en Ciudad Universitaria, a la persona encargada de agregar chile sobre la fruta se le pidió que sirviera diez veces en bolsas de plástico la cantidad que sirve normalmente en una porción de fruta. Cuando se tuvieron todas las muestras recolectadas se pesó el contenido de chile en cada una de ellas para obtener un promedio. El promedio resultante fue de seis gramos por porción.

Con ayuda de unos cálculos simples se obtuvo el contenido de los metales por ración y se valoró la ingesta de los metales a través del consumo de chile seco. También se evaluó la ingesta de los metales a través del consumo *per cápita* de chile seco en polvo<sup>(1)</sup>. Una vez teniendo estos datos se valoró si estas ingestas representan una cantidad significativa que pudiera dañar la salud de los consumidores.

Como complemento, siguiendo el mismo procedimiento se valoró si algunos de los elementos como hierro, zinc, calcio, potasio y cobre que se consumen mediante el chile en polvo pudieran dar un aporte a la dieta de los consumidores (ver tablas 35 y 36)

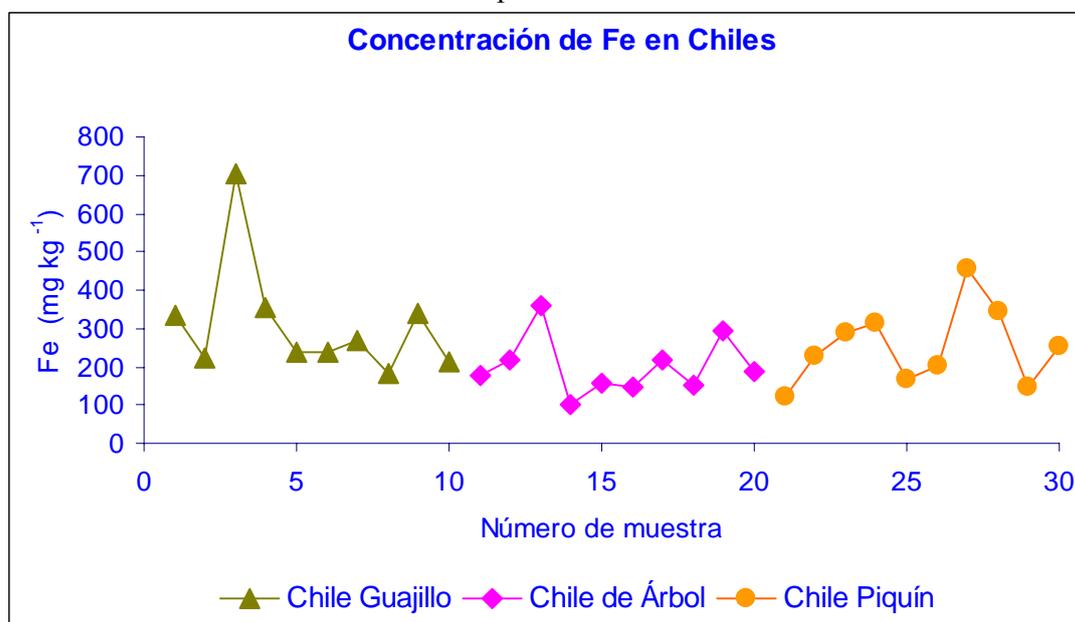
## 6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 6.1. HIERRO

**Tabla 18.** Contenido promedio de hierro en los chiles.

Número de muestra	Concentración promedio para chile Guajillo (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile de Árbol. (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile Piquín. (mg kg <sup>-1</sup> )
1	333.4	178	119.0
2	221.9	218	226.9
3	703.1	358	290.4
4	353.6	101	312.2
5	238.8	156	164.8
6	236.0	146	204.2
7	266.0	216	456.1
8	182.5	151	344.3
9	337.3	292	146.1
10	214.2	190	252.5
<b>Promedio</b>	<b>308.7</b>	<b>200.5</b>	<b>251.7</b>
<b>Desviación Estándar</b>	<b>150.3</b>	<b>75.7</b>	<b>102.5</b>

**Gráfico 8.** Concentración de Hierro por cada muestra analizada.



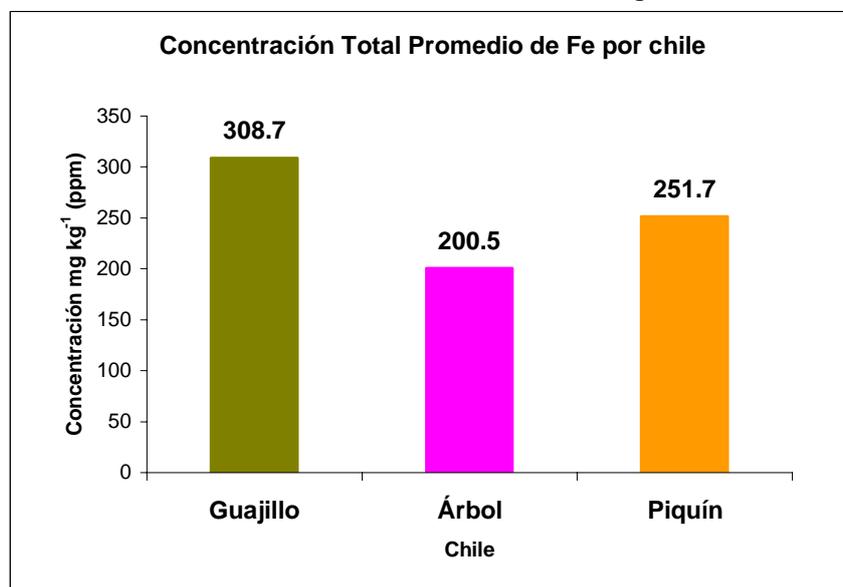
La gráfica muestra las diferentes concentraciones de hierro presente en los chiles. Evaluando todas las muestras se observa que las concentraciones se mueven en un intervalo de 101 a 703 mg kg<sup>-1</sup>. Se puede observar una gran variación entre los resultados obtenidos en cada tipo de chile, lo cual se puede apreciar mejor al observar los valores de desviación estándar obtenidos. En el caso del chile guajillo, si se excluye la muestra número 3 que presenta la concentración más alta de hierro el intervalo de concentraciones disminuye quedando entre 101 y 353.6 mg kg<sup>-1</sup>. Siendo aún variable la concentración de hierro entre los chiles, sin embargo es importante señalar que las concentraciones encontradas presentan magnitudes similares. A pesar de esto, cualquiera de los valores encontrados supera el valor reportado en la literatura para chiles secos 70 mg kg<sup>-1</sup>(4).

**Tabla 19.**  
Contenido promedio de hierro.

Chile	Concentración Promedio (mg kg <sup>-1</sup> )
Guajillo	<b>308.7</b>
Árbol	<b>200.5</b>
Piquín	<b>251.7</b>
<b>Promedio</b>	<b>253.6</b>

### Gráfico 9.

Concentraciones Totales Promedio de hierro por chile



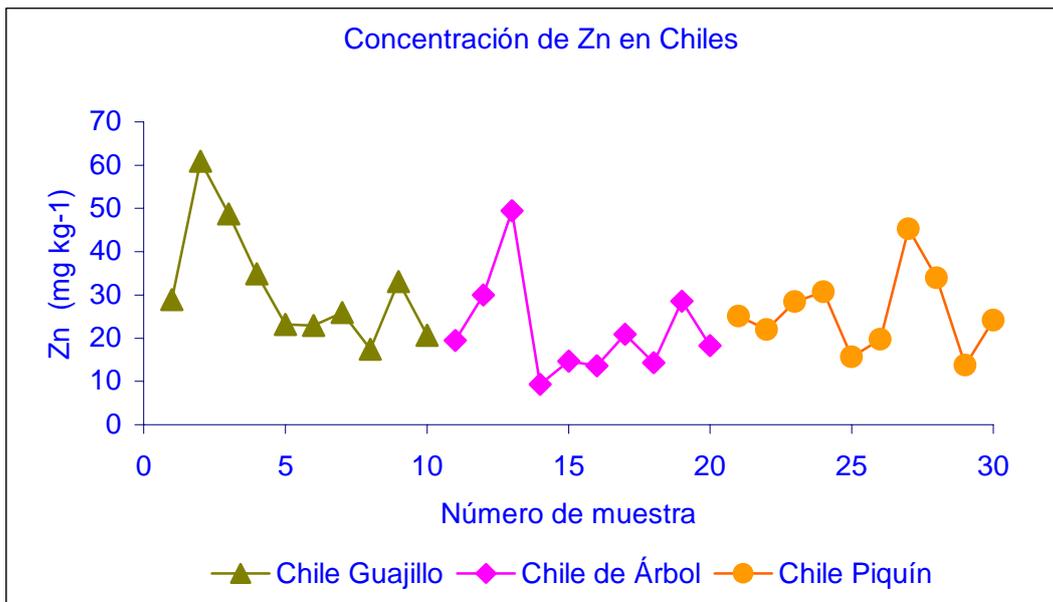
En las muestras estudiadas se observa que el chile guajillo presenta el contenido más alto de hierro con un promedio de 308.7 mg kg<sup>-1</sup> y que supera en aproximadamente 100 mg kg<sup>-1</sup> al chile con menor contenido promedio de hierro que es el chile de árbol 200.5 mg kg<sup>-1</sup>, sin embargo como ya se había mencionado anteriormente el contenido promedio de hierro en los tres chiles es considerablemente alto, comparado con el contenido de hierro reportado en la literatura. Debemos considerar que en este caso estamos hablando de chile en polvo y no sabemos las fuentes reales del hierro que contiene. Sin embargo es posible que por el estado del chile el hierro se haya concentrado.

## 6.2. ZINC

**Tabla 20.** Contenido promedio de Zinc en los chiles.

Número de muestra	Concentración promedio para chile Guajillo (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile de Árbol. (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile Piquín. (mg kg <sup>-1</sup> )
1	29.0	19.5	25.1
2	60.9	30.0	22.0
3	48.7	49.5	28.4
4	34.8	9.4	30.7
5	23.1	14.7	15.7
6	22.9	13.7	19.7
7	25.9	20.9	45.3
8	17.5	14.3	33.9
9	33.1	28.5	13.7
10	20.6	18.2	24.1
<b>Promedio</b>	31.7	21.9	25.9
<b>Desviación Estándar</b>	<b>13.6</b>	<b>11.7</b>	<b>9.3</b>

**Gráfico 10.** Concentraciones de Zn.

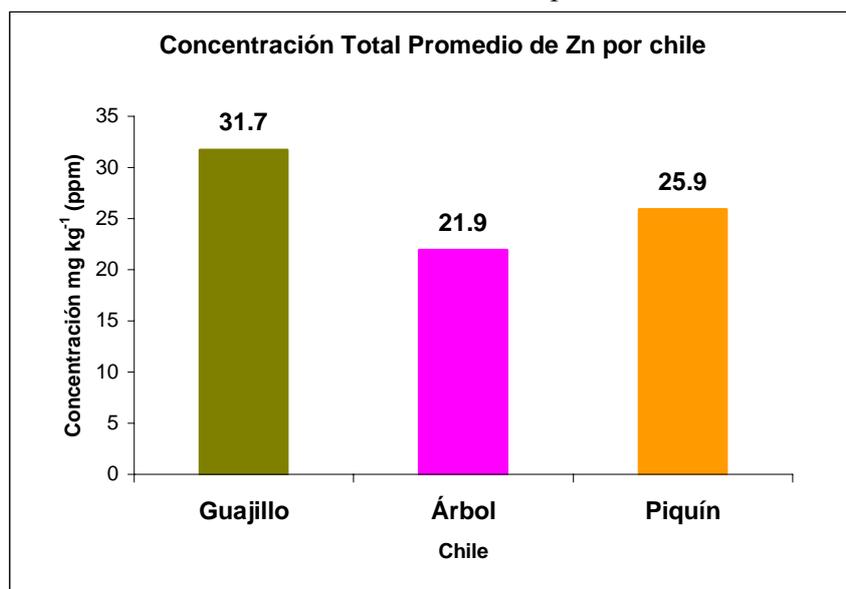


Esta gráfica muestra, que como en el caso del hierro, la variación entre las concentraciones de zinc en las muestras es alta, pero las concentraciones se conservan dentro de un intervalo que se puede diferenciar. El intervalo de concentraciones en el que las muestras analizadas se encuentran situadas comprende de 9.4 a 60.9 mg kg<sup>-1</sup>.

**Tabla 21.**  
Contenido promedio de Zn.

Chile	Concentración Promedio (mg kg <sup>-1</sup> )
Guajillo	<b>31.7</b>
Árbol	<b>21.9</b>
Piquín	<b>25.9</b>
<b>Promedio</b>	<b>26.5</b>

**Gráfico 11.**  
Concentraciones Totales Promedio de zinc por Chile



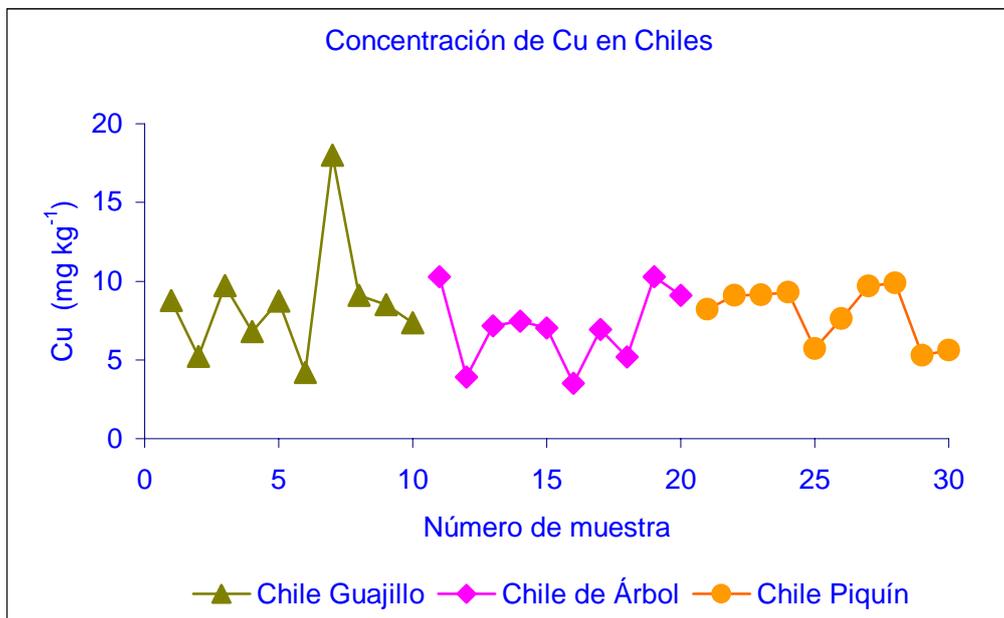
Se encontró que el chile guajillo, contiene mayor concentración de zinc con  $31.7 \text{ mg kg}^{-1}$ , un tercio más que el chile de árbol con  $21.9 \text{ mg kg}^{-1}$ . Los tres tipos de chiles estudiados presentan concentraciones promedio muy semejantes entre si. Estas concentraciones promedio de zinc son considerablemente significativas, pero al igual que en el caso del hierro se desconoce la fuente de su origen, debido a la naturaleza del objeto de estudio.

### 6.3. COBRE

**Tabla 22.** Contenido promedio de cobre en los chiles.

Número de muestra	Concentración promedio para chile Guajillo (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile de Árbol. (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile Piquín. (mg kg <sup>-1</sup> )
1	8.8	10.3	8.2
2	5.2	3.9	9.1
3	9.7	7.1	9.1
4	6.8	7.5	9.3
5	8.7	7.0	5.7
6	4.2	3.5	7.6
7	18.0	6.9	9.7
8	9.1	5.2	9.9
9	8.5	10.3	5.3
10	7.3	9.1	5.6
<b>Promedio</b>	<b>8.6</b>	<b>7.1</b>	<b>8.0</b>
<b>Desviación Estándar</b>	<b>3.7</b>	<b>2.4</b>	<b>1.8</b>

**Gráfico 12.** Concentración de Cobre por cada muestra analizada.



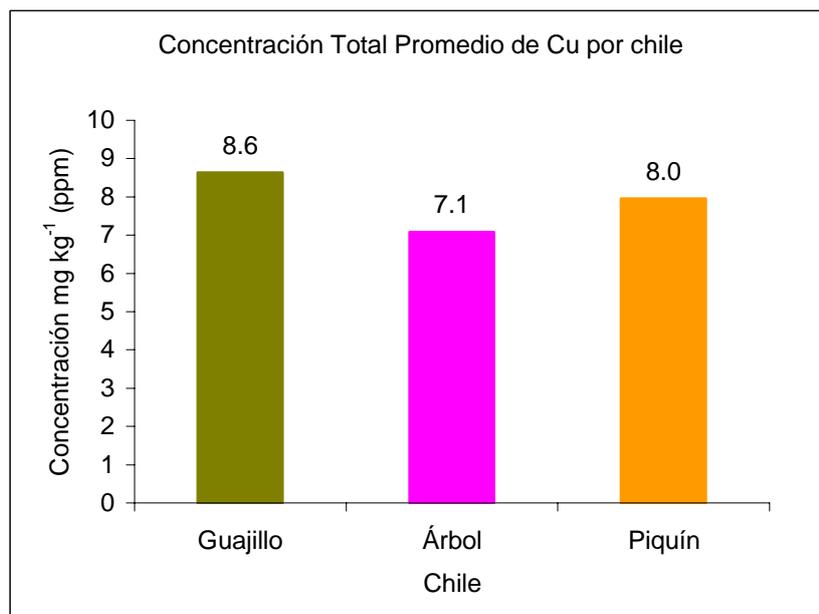
Esta gráfica muestra las concentraciones de cobre de cada uno en los chiles estudiados. Como se observa algunas muestras del mismo tipo de chile son similares en las concentraciones, por

ejemplo las muestras 13, 14, 15 y 17 de chile de árbol. Sin embargo, en el caso de chile guajillo existe una gran variación entre los resultados cuya concentración promedio es  $8.6 \text{ mg Kg}^{-1}$  y la muestra con mayor concentración  $18 \text{ mg kg}^{-1}$ . Si se elimina el valor de la séptima muestra de chile guajillo el intervalo se cierra de  $3.5$  a  $10.3 \text{ mg kg}^{-1}$ .

**Tabla 23.**  
Contenido promedio de cobre.

Chile	Concentración Promedio ( $\text{mg kg}^{-1}$ )
Guajillo	<b>8.6</b>
Árbol	<b>7.1</b>
Piquín	<b>8.0</b>
<b>Promedio</b>	<b>7.9</b>

**Gráfico 13.**  
Concentraciones Totales Promedio de cobre en chile



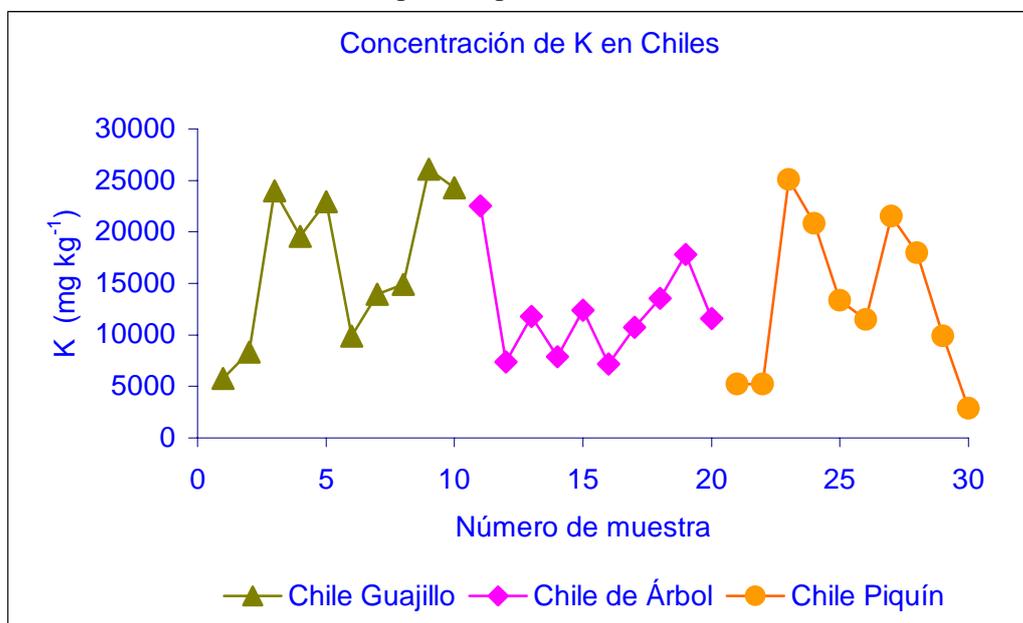
Como se observa en el grafico 13 las concentraciones promedio obtenidas son similares entre sí. Se encontró que el chile con una concentración promedio mayor es el guajillo con  $8.6 \text{ mg kg}^{-1}$ , seguido del chile piquín con  $8.0 \text{ mg kg}^{-1}$  y finalmente el chile de árbol con  $7.1 \text{ mg kg}^{-1}$ .

## 6.4. POTASIO

**Tabla 24.** Contenido promedio de potasio en los chiles.

Número de muestra	Concentración promedio para chile Guajillo (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile de Árbol. (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile Piquín. (mg kg <sup>-1</sup> )
1	5785.3	22532.1	5213.5
2	8334.7	7389.0	5235.9
3	23972.9	11813.3	25094.9
4	19556.0	7864.1	20794.4
5	22903.9	12411.1	13319.6
6	9894.6	7155.4	11506.8
7	13939.6	10760.8	21528.7
8	14884.5	13565.8	17937.0
9	26106.7	17799.0	9880.9
10	24283.1	11582.6	2881.1
<b>Promedio</b>	<b>16966.1</b>	<b>12287.3</b>	<b>13339.3</b>
<b>Desviación Estándar</b>	<b>7387.4</b>	<b>4829.7</b>	<b>7734.2</b>

**Gráfico 14.** Concentración de potasio por cada muestra analizada.



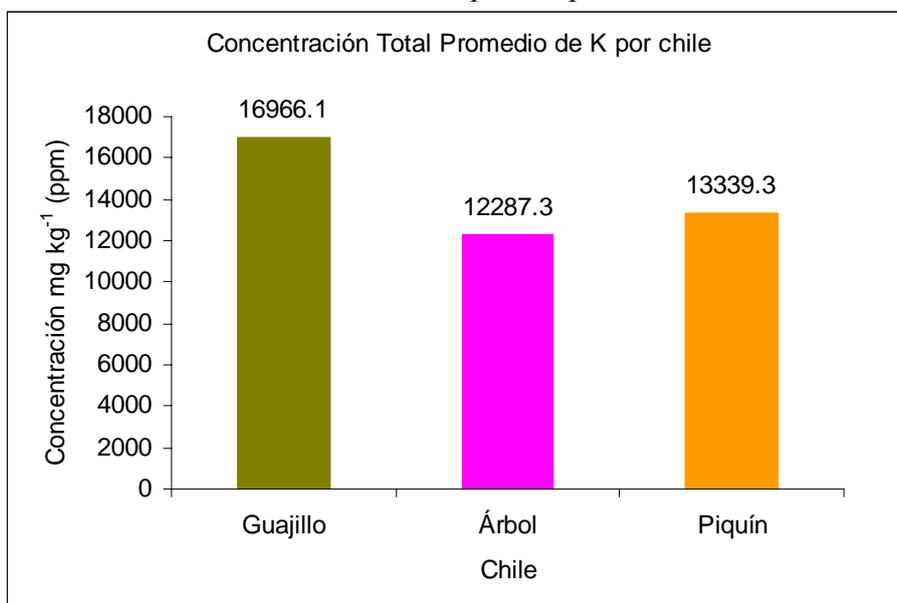
La gráfica muestra que la concentración de potasio supera por mucho la concentración de otros elementos analizados. El potasio es uno de los metales más abundantes en la tierra, por lo que es

fácil encontrarlo en frutas y verduras. Las concentraciones encontradas van de 2881.1 a 26 106.7 mg kg<sup>-1</sup>, se desconoce también el origen exacto de este elemento en los chiles.

**Tabla 25.**  
Contenido promedio de potasio.

Chile	Concentración Promedio (mg kg <sup>-1</sup> )
Guajillo	<b>16966.1</b>
Árbol	<b>12287.2</b>
Piquín	<b>13339.3</b>
<b>Promedio</b>	<b>14197.5</b>

**Gráfico 15.**  
Concentraciones Totales Promedio de potasio por Chile.



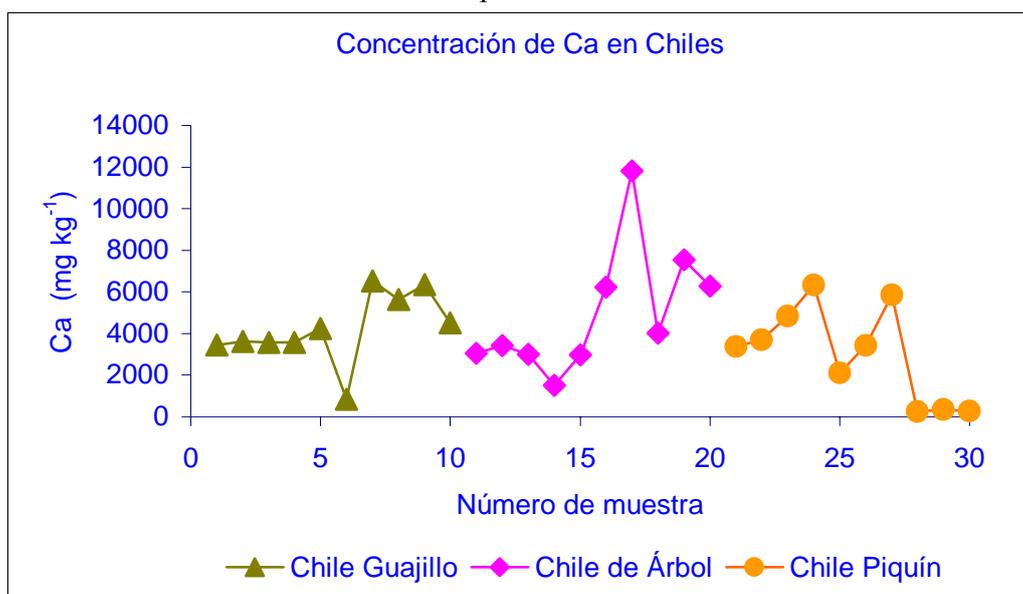
En conclusión la concentración promedio de potasio en los tres chiles analizados se encuentra por arriba de 10 000 mg kg<sup>-1</sup>. El chile guajillo es el que presenta mayor concentración de potasio en comparación con los otros.

## 6.5. CALCIO

**Tabla 26.** Contenido promedio de calcio en los chiles.

Número de muestra	Concentración promedio para chile Guajillo (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile de Árbol. (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile Piquín. (mg kg <sup>-1</sup> )
1	3444.9	3045.4	3379.1
2	3631.7	3413.6	3688.3
3	3562.1	2991.6	4843.3
4	3577.4	1523.2	6335.2
5	4239.9	2972.8	2101.7
6	845.6	6227.6	3420.0
7	6519.9	11826.5	5865.0
8	5646.1	4010.6	246.2
9	6361.5	7535.2	335.4
10	4514.2	6271.8	283.5
<b>Promedio</b>	<b>4234.4</b>	<b>4981.8</b>	<b>3049.8</b>
<b>Desviación Estándar</b>	<b>1672.4</b>	<b>3049.5</b>	<b>2269.8</b>

**Gráfico 16.** Concentración de calcio por cada muestra analizada.

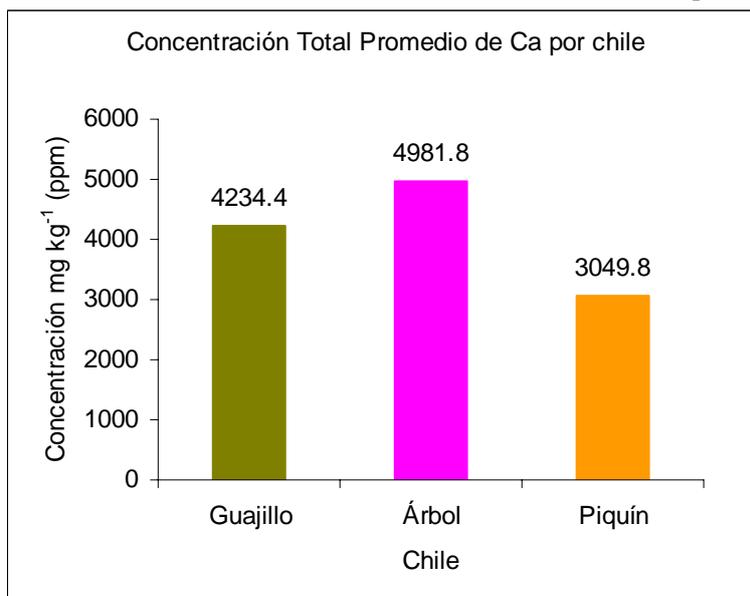


La gráfica muestra las variaciones entre las concentraciones de calcio de las muestras analizadas. El intervalo de concentraciones en las muestras va de 246.2 a 11826.5 mg kg<sup>-1</sup>. Como en los casos anteriores se observa que pese a la variabilidad de las concentraciones, éstas se mantienen en una cierta magnitud, obteniéndose un promedio de 4088.7 mg kg<sup>-1</sup>

**Tabla 27.**  
Contenido promedio de calcio.

Chile	Concentración Promedio (mg kg <sup>-1</sup> )
Guajillo	<b>4234.4</b>
Árbol	<b>4981.8</b>
Piquín	<b>3049.8</b>
<b>Promedio</b>	<b>4088.7</b>

**Gráfico 17.** Concentraciones Totales Promedio de calcio por chile.



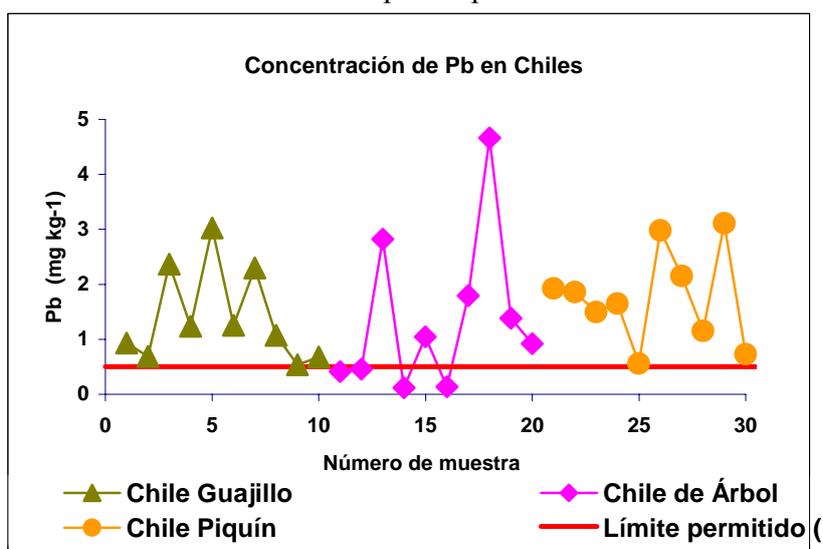
En este caso se obtuvo una concentración promedio de calcio en el chile de árbol de casi 5000 mg kg<sup>-1</sup>. Si se observa la gráfica 16 es posible atribuir esta alza debida a un aumento en la muestra 17. El chile con una menor concentración es el piquín con 3049.8 mg kg<sup>-1</sup>.

## 6.6 PLOMO

**Tabla 28.** Contenido promedio de plomo en los chiles.

Número de muestra	Concentración promedio para chile Guajillo (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile de Árbol. (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile Piquín. (mg kg <sup>-1</sup> )
1	1.1	0.5	2.3
2	0.8	0.5	2.2
3	2.8	3.3	1.8
4	1.5	0.1	2.0
5	3.6	1.2	0.7
6	1.5	0.2	3.5
7	2.7	2.1	2.5
8	1.3	5.5	1.4
9	0.6	1.6	3.7
10	0.8	1.1	0.9
<b>Promedio</b>	<b>1.7</b>	<b>1.6</b>	<b>2.1</b>
<b>Desviación Estándar</b>	<b>1.0</b>	<b>1.7</b>	<b>1.0</b>

**Gráfico 18.** Concentración de plomo por cada muestra analizada.



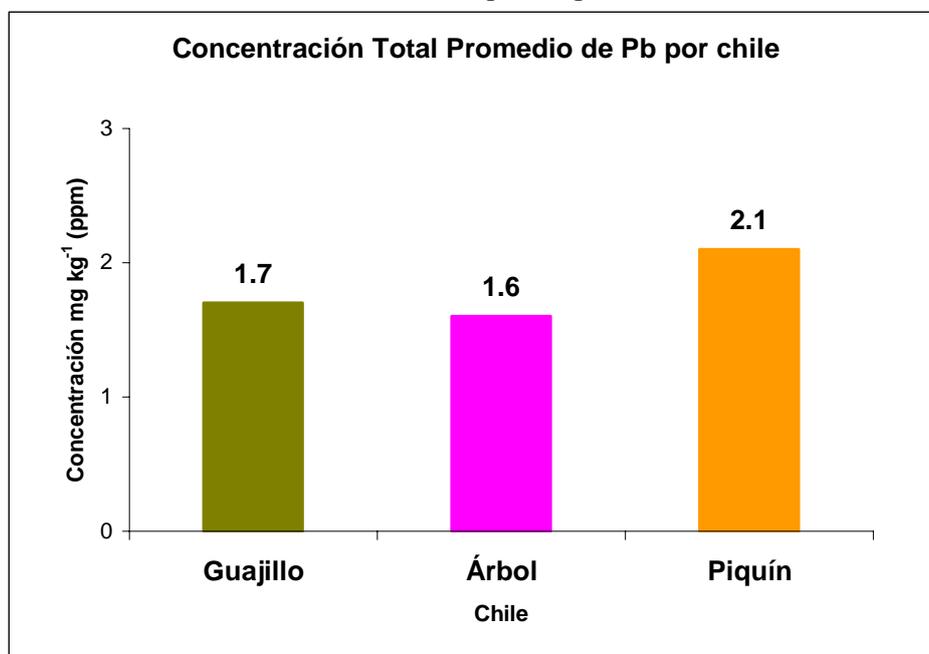
La gráfica 18 muestra la comparación del límite máximo permisible de plomo en harinas  $0.5 \text{ mg kg}^{-1}$  (18), con las concentraciones obtenidas en las muestras analizadas. Se decidió hacer esta comparación debido a que no existe referencia específica para el producto estudiado.

Puede observarse, cómo la mayoría de las muestras analizadas superan el límite permitido para la harina de trigo.

**Tabla 29.**  
Contenido promedio de plomo.

Chile	Concentración Promedio ( $\text{mg kg}^{-1}$ )
Guajillo	1.7
Árbol	1.6
Piquín	2.1
<b>Promedio</b>	<b>1.8</b>

**Gráfico 19.**  
Concentraciones Totales Promedio de plomo por Chile.



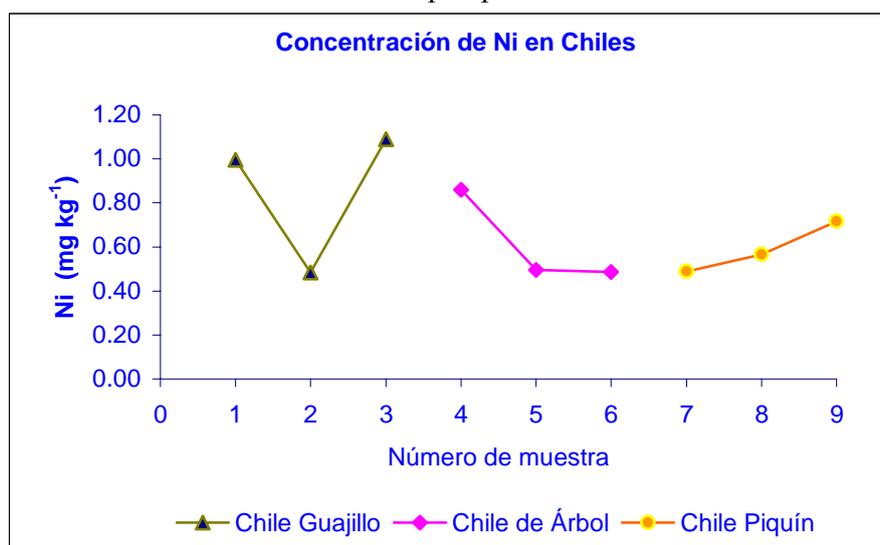
Esta gráfica muestra que en promedio el chile con la concentración más alta de plomo es el piquín (2.1 mg kg<sup>-1</sup>), las concentraciones promedio de los chiles analizados es mayor a 1.5 mg kg<sup>-1</sup>.

## 6.7 NÍQUEL

**Tabla 30.** Contenido promedio de níquel en los chiles.

Número de muestra	Concentración promedio para chile Guajillo (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile de Árbol. (mg kg <sup>-1</sup> )	Concentración Promedio para chile Piquín. (mg kg <sup>-1</sup> )
1	0.99	0.86	0.49
2	0.48	0.50	0.57
3	1.09	0.49	0.72
<b>Promedio</b>	<b>0.85</b>	<b>0.62</b>	<b>0.59</b>
<b>Desviación Estándar</b>	<b>0.33</b>	<b>0.21</b>	<b>0.12</b>

**Gráfico 20.** Concentración de níquel por cada muestra analizada.

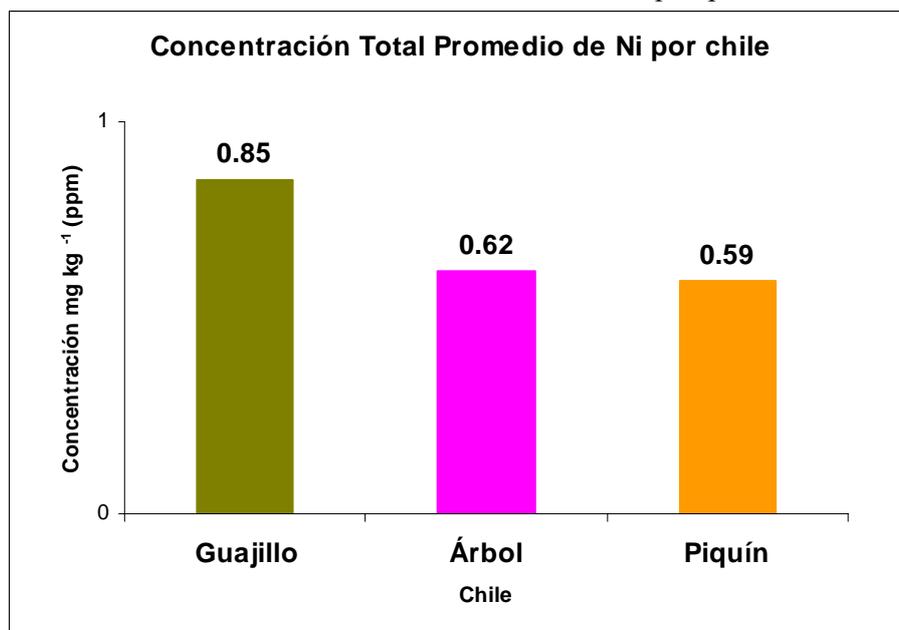


En el caso del níquel se analizaron tres muestras por cada tipo de chile, se observan variaciones entre las concentraciones en un intervalo entre 0.48 y 1.09 mg kg<sup>-1</sup>.

**Tabla 31.**  
Contenido promedio de níquel.

Chile	Concentración Promedio (mg kg <sup>-1</sup> )
Guajillo	<b>0.85</b>
Árbol	<b>0.62</b>
Piquín	<b>0.59</b>
<b>Promedio</b>	<b>0.69</b>

**Gráfico 21.** Concentraciones Totales Promedio de níquel por chile



De las muestras analizadas, el chile guajillo presenta la concentración promedio mayor ( $0.85 \text{ mg kg}^{-1}$ ) las concentraciones son muy parecidas y muy pequeñas en los tres tipos de chile.

## 6.9. MATERIAL DE REFERENCIA

**Tabla 32.**

<b>Concentraciones en material de referencia obtenidas mediante la metodología utilizada</b>			
<b>Elemento</b>	<b>Concentración obtenida (<math>\text{mg kg}^{-1}</math>)</b>	<b>Concentración real (<math>\text{mg kg}^{-1}</math>)</b>	<b>% Recuperación</b>
<b>Hierro</b>	<b>3.39</b>	<b>3.5</b>	<b>97.11</b>
<b>Zinc</b>	<b>24.48</b>	<b>25.0</b>	<b>97.95</b>
<b>Cobre</b>	<b>0.10</b>	<b>0.1</b>	<b>97.00</b>
<b>Potasio</b>	<b>137.30</b>	<b>150.0</b>	<b>91.54</b>
<b>Calcio</b>	<b>1.18</b>	<b>1.2</b>	<b>98.34</b>
<b>Plomo</b>	<b>0.45</b>	<b>0.5</b>	<b>91.86</b>
<b>Níquel</b>	<b>0.00096</b>	<b>0.001</b>	<b>96.00</b>

Esta tabla muestra la comparación entre el valor de concentración del certificado para cada elemento en el material de referencia y la concentración obtenida experimentalmente. Las concentraciones determinadas experimentalmente fueron obtenidas en las mismas condiciones que el resto de las muestras.

Es posible observar que en todos los casos la concentración obtenida experimentalmente es muy parecida a la concentración real del estándar de referencia. Todos los valores están arriba de 90 % de recuperación.

Por ejemplo, en el caso del hierro la concentración real de este elemento en el material de referencia es de  $3.5 \text{ mg kg}^{-1}$  y al determinarla experimentalmente en el laboratorio fue de  $3.39 \text{ mg kg}^{-1}$ , el error es de 2.89 %, lo que se considera como un error aceptable, debido a las concentraciones en las que este elemento es detectado, concentraciones del orden de  $\text{mg kg}^{-1}$  (ppm). Este error también se debe a las condiciones del equipo en general, algunas manipulaciones humanas, a la temperatura, etcétera.

En los casos de hierro, zinc, cobre y calcio la diferencia entre el valor real de la concentración del material de referencia con respecto al obtenido experimentalmente es igual o menor a 3%, lo que nos permite tener confianza en los resultados obtenidos.

Al comparar la concentración de potasio en el material de referencia con la concentración obtenida experimentalmente se observó una diferencia aproximada del 8 %, lo que puede deberse a que la concentración de potasio en el material de referencia está ubicada muy cercana al punto inferior en la curva de calibración o a errores propios del equipo con el que se trabajó. Esta diferencia también es aceptable.

Para plomo y níquel en donde la diferencia entre el valor real de la concentración y el valor de la concentración obtenida experimentalmente fue de 8 % y 4 % respectivamente se utilizó un Espectrofotómetro de Absorción Atómica con horno de grafito en donde se determinan concentraciones  $\mu\text{g kg}^{-1}$  (ppb), el equipo es más sensible, por tanto se vuelve más susceptible a variaciones externas como cambios en el voltaje.

Es importante señalar que el material de referencia se utilizó para asegurar la calidad de los resultados.

#### **6.10. PORCENTAJES DE RECUPERACIÓN EN LAS MUESTRAS ADICIONADAS.**

Como se mencionó en el punto 5.5.2 se evaluó la cantidad de pérdida de cada elemento durante el tratamiento de la muestra.

**Tabla 33.**

<b>Porcentajes de recuperación</b>		
<b>Elemento</b>	<b>Porcentaje de recuperación</b>	<b>Factor de Corrección</b>
<b>Hierro</b>	<b>74.37</b>	<b>1.2563</b>
<b>Zinc</b>	<b>75.49</b>	<b>1.2451</b>
<b>Plomo</b>	<b>81.53</b>	<b>1.1847</b>

Esta tabla muestra los promedios de los porcentajes de recuperación obtenidos después del tratamiento de las muestras con las adiciones correspondientes. A partir de este porcentaje de recuperación se obtuvo un factor de corrección con el cual se modificó cada una de las concentraciones obtenidas para hierro, zinc y plomo.

Se observa que el hierro fue el elemento con menor porcentaje de recuperación (74.37 %), seguido del zinc (75.49 %) y finalmente el plomo (81.53 %). En todos los casos se considera como una buena recuperación ya que hablamos de elementos a nivel de trazas.

## 6.11. COMPARACIÓN DE TODOS LOS ELEMENTOS PRESENTES EN LOS TRES TIPOS DE CHILES

**Tabla 34.**

<b>Concentración de cada elemento por tipo de chile (mg kg<sup>-1</sup>)</b>							
<b>Elemento</b>							
<b>Tipo de chile</b>	<b>Fe</b>	<b>Zn</b>	<b>Cu</b>	<b>K</b>	<b>Ca</b>	<b>Pb</b>	<b>Ni</b>
<b>Guajillo</b>	<b>308.7</b>	<b>31.7</b>	<b>8.6</b>	<b>16 966.1</b>	<b>4 234.4</b>	<b>1.7</b>	<b>0.85</b>
<b>Árbol</b>	<b>200.5</b>	<b>21.9</b>	<b>7.1</b>	<b>12 287.2</b>	<b>4 981.8</b>	<b>1.6</b>	<b>0.62</b>
<b>Piquín</b>	<b>251.7</b>	<b>25.9</b>	<b>8</b>	<b>13 339.3</b>	<b>3 049.8</b>	<b>2.1</b>	<b>0.59</b>
<b>Promedio</b>	<b>253.6</b>	<b>26.5</b>	<b>7.9</b>	<b>14 197.5</b>	<b>4 088.7</b>	<b>1.8</b>	<b>0.69</b>

Esta tabla muestra todos los promedios de las concentraciones de los diferentes metales determinados en los tres tipos de chiles. Como puede observarse cada metal analizado, presenta concentraciones similares entre los tres tipos de chile.

## 6.12. DOSIS INGERIDAS POR RACIÓN DE CHILE EN POLVO

Como se indica en el punto 5.6 la cantidad de chile en polvo que consume una persona por ración fue en promedio, seis gramos y el consumo *per cápita* en México de chile en polvo es de un kilogramo (al año)<sup>(1)</sup>. Para saber qué cantidad de cada elemento consume una persona por ración se hizo una relación entre estos y la concentración promedio de cada elemento determinado. Se consideró este promedio como la concentración que puede aportar el chile en polvo sin tomar en cuenta de qué variedad se trate.

**Tabla 35.**

<b>Ingesta de los elementos analizados a través del Consumo de chile en polvo</b>		
<b>Elemento</b>	<b>Ingesta por porción (mg en 6 g)</b>	<b>Ingesta <i>per cápita</i> (mg en 1 kg por año)</b>
<b>Hierro</b>	<b>1.52</b>	<b>253.6</b>
<b>Zinc</b>	<b>0.16</b>	<b>26.5</b>
<b>Cobre</b>	<b>0.05</b>	<b>7.9</b>
<b>Potasio</b>	<b>85.19</b>	<b>14 197.5</b>
<b>Calcio</b>	<b>24.53</b>	<b>4 088.7</b>
<b>Plomo</b>	<b>0.01</b>	<b>1.8</b>
<b>Níquel</b>	<b>0.004</b>	<b>0.69</b>

Además, tomando en cuenta los requerimientos diarios de cada elemento, se calculó el porcentaje de éstos. Obteniendo los siguientes resultados:

**Tabla 36.**

<b>Aporte a la dieta de nutrimentos indispensables encontrados en el chile, calculados en una porción de 6 gramos.</b>			
<b>Elemento</b>	<b>Ingesta por porción (mg)</b>	<b>Ingesta Requerida (mg)</b>	<b>Porcentaje de aporte (%)</b>
<b>Hierro</b>	<b>1.52</b>	<b>10</b>	<b>15.22</b>
<b>Zinc</b>	<b>0.16</b>	<b>2.2</b>	<b>7.22</b>
<b>Cobre</b>	<b>0.05</b>	<b>2</b>	<b>2.35</b>
<b>Potasio</b>	<b>85.18</b>	<b>3500</b>	<b>2.43</b>
<b>Calcio</b>	<b>24.53</b>	<b>1000</b>	<b>2.45</b>

Esta tabla muestra que las concentraciones ingeridas de hierro, zinc, cobre, potasio y calcio en una porción de chile son pequeñas debido al tamaño de la ración y no tanto al contenido de los nutrimentos en los chiles. Esta relación es directamente proporcional ya que si se aumenta la ración también el aporte.

El nutrimento presente en los chiles con mayor aporte a la dieta de los consumidores en un día es el del hierro (15.22 %) seguido del zinc (7.22 %) y del cobre, potasio y calcio que casi alcanzan un aporte de 2.5 %, lo que es muy poco.

### **6.13. DISCUSIÓN**

En los resultados de las muestras analizadas se observa que para cada elemento las concentraciones son similares entre sí, independientemente de la procedencia de los chiles o del proceso de molienda. Esto sucede para los 7 elementos según se muestra en la tabla 34.

Al no haber una norma que se refiera específicamente al chile en polvo, no es posible decir si las concentraciones encontradas de cada uno de los elementos determinados son elevadas, pequeñas o se encuentran dentro de un límite permisible.

Es difícil determinar el origen de las muestras, ya que se desconoce la procedencia y el tratamiento de las mismas.

Independientemente de la composición del chile, se puede observar que tiene un aporte a la dieta en cuanto a nutrimentos inorgánicos y que debido al tamaño de la porción ingerida, la cual es muy pequeña en comparación con alimentos que pudieran tener una concentración similar de alguno de estos nutrimentos, pero que se consumen en mayores cantidades. Es poco probable pensar que la ración de chile aumente de tal forma que se incrementen los aportes de sus nutrimentos a la dieta, puesto que el chile en polvo pese a sus múltiples usos y formas de consumo es un condimento.

El chile en polvo es un producto contaminado; contiene en general, por lo encontrado en las muestras estudiadas, una concentración de plomo que sobrepasa los límites establecidos para

otros productos como harina ( $0.5 \text{ mg kg}^{-1}$ ), frutas (codex:  $0.2 \text{ mg kg}^{-1}$ , Unión Europea:  $0.1 \text{ mg kg}^{-1}$  de Pb) y productos envasados ( $1 \text{ mg kg}^{-1}$ ), sin embargo las porciones de estos alimentos son mayores a lo que una persona normal consume de chile seco y en polvo. Por ejemplo una ración de harina es de cien gramos comparada con una ración de chile en polvo que no llega ni al diez por ciento (6g).

Aunque las concentraciones de níquel y plomo no sean significativas debido al tamaño de la ración de chile en polvo es necesaria la elaboración de una norma que cuide la calidad del producto, puesto que al no existir no se puede afirmar que las concentraciones de plomo y níquel encontradas son o no nocivas para la salud del consumidor.

Gracias a la determinación de algunos parámetros de validación, así como a todos los cuidados que se tuvieron durante este estudio es posible afirmar satisfactoriamente que los resultados son confiables.

## 7. CONCLUSIONES

- Se desarrolló la metodología para cuantificar la concentración de hierro, zinc, cobre, potasio, calcio, plomo y níquel en los chiles molidos de mayor consumo en México.
- La concentración media de hierro en los chiles analizados fue de  $253.6 \text{ mg kg}^{-1}$  y la de zinc fue de  $26.5 \text{ mg kg}^{-1}$  que por una porción representan un aporte de 15.22 % y 7.22 % respectivamente a la dieta diaria. El contenido de Plomo promedio en los chiles analizados fue de  $1.8 \text{ mg kg}^{-1}$ , que por la porción consumida (6 gramos) no se considera una concentración significativa que pudiera ocasionar una toxicidad inmediata, sin embargo, el consumo de este producto contribuye y forma parte de los factores que exponen al consumidor al metal.
- El contenido de níquel promedio en las muestras analizadas es de  $0.69 \text{ mg kg}^{-1}$ , que no se considera como una concentración peligrosa debido a la porción de chile seco que se consume.
- La concentración promedio de potasio en los chiles analizados fue de  $14\ 197.5 \text{ mg kg}^{-1}$ , que represente un 2.43% de las necesidades diarias, y la concentración promedio de cobre fue de  $7.9 \text{ mg kg}^{-1}$  que representa un 2.35 % en la dieta, concentración de calcio promedio fue de  $4\ 088.7 \text{ mg kg}^{-1}$ , que representa 2.45 % de aporte a la dieta.
- Se obtuvieron algunos parámetros de validación con resultados satisfactorios que

permiten afirmar que las concentraciones de los elementos cuantificados son certeras.

- Gracias a la elaboración de este estudio fue posible trabajar en un laboratorio certificado en funcionamiento como experiencia y aprender el manejo del equipo de Espectroscopia de Absorción Atómica.
- Comparando los tres tipos de chiles el guajillo, es el que presenta mayor contenido de Fe, Zn, Cu, y K. Comparando los tres tipos de chiles estudiados, el piquín es el que tiene mayor contenido de plomo.
- El chile seco y molido, pese a ser un producto mal manejado en su elaboración, aporta nutrimentos que pueden ser aprovechados.

## **8. RECOMENDACIÓN**

Para mejorar la calidad del chile en polvo es necesaria la elaboración de una norma que establezca las características de calidad del producto desde la materia prima, el proceso de fabricación y el producto final.



## 9. BIBLIOGRAFÍA

### Citada

1. SAGARPA, *Mantiene México consumo per cápita de 8 kilogramos de chile al año y es el segundo productor de la hortaliza en el mundo*, Coordinación general de comunicación social, 16 septiembre de 2005 [En línea disponible en: <http://www.sagarpa.gob.mx/cgcs/newsletter/2006/jul170706/percapita.htm>. acceso el 1 de agosto de 2006)
2. Rocabado, G.F., *Análisis de la cadena del valor agroalimentario del Aj, FDTA*, proyecto MAPA, Bolivia 1996.
3. Iturriaga, José N., *El chile: fruto/especia nacional*, [En línea disponible en: [http://omega.ilce.edu.mx:3000/sites/fondo2000/vol2/20/htm/sec\\_13.html](http://omega.ilce.edu.mx:3000/sites/fondo2000/vol2/20/htm/sec_13.html); Internet; acceso el 26 de agosto de 2006)
4. Bourges, H., et al. *Recomendaciones de ingestión de nutrimentos para la población mexicana, Bases fisiológicas*, Ed. Panamericana, México 2005.
5. Aguilar G, Alcántara A, Chárvel A, García JL, Garzón A, Guerrero ME, et al. *Validación de métodos analíticos. Comité de Elaboración de Guías Oficiales de Validación de la Dirección General de Control de Insumos para la Salud, SSA*, Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biológicos. México AC, 1992.
6. SAGARPA, *Exporta México más de 416 mil toneladas de chile a países de América y Europa*, Coordinación general de comunicación social, 16 septiembre de 2005 [En línea disponible: <http://www.sagarpa.gob.mx/cgcs/boletines/2005/septiembre/B276.pdf>. acceso el 1 de agosto de 2006)
7. Torreblanca E, *No más chile hecho en México en pocos años*, EL Universal, 16 de septiembre de 2005.
8. Khairiah, -J.; Zalifah, -M.K.; Yin, -Y.H.; Aminah, -A., *The uptake of heavy metals by fruit type vegetables grown in selected agricultural areas*. Pakistan-Journal-of-Biological-Sciences, Pakistan, Agosto 2004, v. 7(8) p. 1438-1442.
9. Codex Stan 230-2001, *Niveles Máximos para el Plomo*, Codex Alimentarius.
10. Codex Stan 248-2005, *Niveles Máximos para el Cadmio*, Codex Alimentarius.
11. Pronczuk. J., "Programas y actividades de la OMS en lo que atañe al mercurio, al plomo y al cadmio", Organización Mundial de la salud, Ginebra, Suiza, septiembre 2006.

12. Página WEB de UCLM, Artículo sobre metales pesados, (disponible en línea en: <http://www.uclm.es/users/higueras/MAM/MAM7.htm#MetPesas>)
13. Agarwal, R., *Panorama general: la situación actual “Aspectos relativos a la oferta y la demanda; emisiones de productos”*, Toxicos Link, India, septiembre 2006.
14. Nutrición, *Requerimientos diarios de vitaminas y minerales*, (disponible en línea en: <http://www.zonadiet.com/nutricion/reqs.htm>, acceso: noviembre 2006)
15. Calpena AC, Escribano E, Fernández C, *Validación de los métodos analíticos*, Farm Clin 1991.
16. Norma Oficial Mexicana NOM-130-SSA1-1995, *Bienes y servicios. Alimentos envasados en recipientes de cierre hermético y sometidos a tratamiento térmico. Disposiciones y especificaciones sanitarias*.
17. Norma oficial mexicana NOM-147-SSA1-1996, *Bienes y Servicios, cereales y sus productos. Harinas de cereales, sémolas o semolinas. Alimentos a base de cereales, de semillas comestibles, harinas, sémolas o semolinas o sus mezclas. Productos de panificación. Disposiciones sanitarias y nutrimentales*.
18. Página WEB de la MTAS, *Materiales de referencia*, (disponible en línea [http://www.mtas.es/insht/ntp/ntp\\_656.htm](http://www.mtas.es/insht/ntp/ntp_656.htm), acceso: diciembre 2006)
19. Quere. A., *Análisis de Curvas de Calibración Espectrofotométricas, Cálculo de límite de detección y de cuantificación, perfil de distribución de datos, identificación de valores aberrantes*, Facultad de Química, Departamento de Química Analítica, UNAM, diciembre de 2000. (Programa de excel)
20. Página de la FDA, artículo: *FDA Statement on Lead Contamination in Certain Candy Products Imported from Mexico*, (disponible en línea: <http://www.fda.gov/bbs/topics/news/2004/NEW01048.html>, abril 9 2004)

#### Bibliografía consultada

1. Página WEB de Wikipedia, Wikimedia Foundation, Artículo sobre Chile, con última modificación el 17 de agosto de 2006, (disponible en línea en: [www.wikipedia.com](http://www.wikipedia.com))
2. Matilde Pérez U., *Productores de chile seco exigen frenar importaciones dumping*, La Jornada, 15 de septiembre 2005.
3. Norma oficial mexicana NOM-117-ssa1-1994, *bienes y servicios. método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de absorción atómica*.
4. Palevitch,-D.; Mangam,-A. Harel,-S. Kanner,-J. Ben-Gera,-I., Shifriss,-Ch.,Alper, Y.,

- Wolf,-Y.; Finkel,-Y.; Bassnitzky,-Y., *Research on paprika as spice and source of natural color* [studies in Israel on *Capsicum annum*]. [A collection of papers], HortScience:-a-publication-of-the-American-Society-for-Horticultural-Science (USA). (Dec 1992). v. 27(12) p. 1277-1278.
5. Creger,-T.L.; Peryea,-F.J., *Lead and arsenic in two apricot cultivars and in 'Gala' apples grown on lead arsenate-contaminated soils*, HortScience:-a-publication-of-the-American-Society-for-Horticultural-Science (USA). (Dec 1992). v. 27(12) p. 1277-1278.
  6. Nuez, F., Gil, R., Costa, J., *El cultivo de pimientos, chiles y ajís*, Ed. Mundi-Prensa, España 1996, pág 30-57.
  7. Ramírez, J., El chile, *Biodiversidad México*, 2(8) : 8-14, 1996.
  8. Página del Enviromental Information System, Centre for ecological sciences, Indian Institute of sciences, artículo sobre Plomo y su toxicidad, con última modificación de 28 de julio de 1999, (disponible en línea en: <http://www.ces.iisc.ernet.in/energy/HC270799/HDL/ENV/envsp/Vol341.htm>, acceso: 1 de septiembre de 2006)
  9. Página del Agency for toxic substances and disease registry, Plomo, última modificación 18 de abril de 2006(disponible en línea: [http://www.atsdr.cdc.gov/es/toxfaqs/es\\_tfacts13.html](http://www.atsdr.cdc.gov/es/toxfaqs/es_tfacts13.html), acceso: 1de septiembre de 2006)
  10. Página del Agency for toxic substances and disease registry, Níquel, (disponible en línea: [http://www.atsdr.cdc.gov/es/toxfaqs/es\\_tfacts15.html](http://www.atsdr.cdc.gov/es/toxfaqs/es_tfacts15.html), acceso: 1-09-06)
  11. Food and Drug Administration, U.S. Department of Health and Human Services, Center for Food Safety and Applied Nutrition (CFSAN), Supporting Document for Recommended Maximum Level for Lead in Candy Likely To Be Consumed Frequently by Small Children, diciembre de 2005 (disponible en línea en: <http://www.cfsan.fda.gov/~dms/pbcandy.html>)
  12. Janet Long Solís, *Cápsicum y cultura*, Fondo de cultura económica, 1998.
  13. Arturo Lomelí, *El chile y otros picantes*, Prometeo, México 1987.
  14. Página WEB del CENAM, *Programa de Certificación de Materiales de Referencia Trazables al Sistema Internacional (SI)*, con última modificación en abril de 2006, (disponible en línea: [http://www.cenam.mx/materiales/programa\\_cert.asp](http://www.cenam.mx/materiales/programa_cert.asp), acceso: diciembre 2006)